MESSUNGEN ZUR REFLEXION VON RÖNTGENSTRAHLEN AN ALUMINIUM-AUFDAMPFSCHICHTEN

Inaugural-Dissertation

zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Gerhard Kühnen

aus Berlin

1965

Druck:

ERNST-REUTER-GESELLSCHAFT
der Förderer und Freunde der Freien Universität Berlin e.V.

DISSERTATIONS-DRUCKSTELLE

1 Berlin 33, Garystr. 45

MESSUNGEN ZUR REFLEXION VON RÖNTGENSTRAHLEN AN ALUMINIUM-AUFDAMPFSCHICHTEN

Inaugural-Dissertation

zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Gerhard Kühnen

aus Berlin

UNIVERSITEITSBIBLIOTHEEK - LEIDEN -

1. Referent: Professor Dr. H. Lassen
2. Referent: Professor Dr. R. Honerjäger

Tag der mündlichen Prüfung: 23. Juli 1965
Tag der Promotion: 24. NOV. 1965

Inhalt

A. Einleitung 5

B. Versuchsanordnung

1. Röntgenröhre und Spiegelhalterung 9
2. Zählrohr und Spektrometer 10

C. Versuchsdurchführung

1. Meßprinzip 13
2. Herstellung der Schichten 17
3. Versuchsbedingungen 18
4. Zählrohranzeige bei lateraler Verschiebung . . . 20
5. Justierung der Anordnung 23

D. Reflexionsmessungen

1. Untersuchungen an unbedampften Glasspiegeln . . 25
2. Untersuchungen an bedampften Glasspiegeln . . . 30
3. Schichtdicke und Dekrement des Brechungsindex . 45
4. "Nullte" Interferenz-Ordnung 49
5. Diskussion zweier 4-Mediensysteme 53
6. Untersuchungen zur Alterung der Aufdampfschichten 55

E. Zusammenfassung 58

F. Literatur 61

A. Einleitung

In der vorliegenden Arbeit werden Messungen zur Reflexion von Röntgenstrahlen an Aluminium-Aufdampfschichten beschrieben. Der Gegenstand der Untersuchungen ist somit zunächst ein 3-Mediensystem. Medium 1 ist Luft, absorptionsfrei, Medien 2 und 3 sind Aluminium und Glas BK 7, beide schwach absorbierend. In diesem Fall gilt für die reellen Brechungsindizes $n_1 > n_3 > n_2$, die Dicken der Medien 1 und 3 werden als unendlich vorausgesetzt. Die Glanzwinkel i der aus dem Medium 1 einfallenden Wellen sind kleiner und größer als der Grenzwinkel der Totalreflexion des Aluminiums, dem entsprechen totale+) und partielle Reflexion. Wird die reflektierte Strahlung registriert, können im Gebiet der partiellen Reflexion Extrema beobachtet werden. Extrema treten auf, wenn sich n_2 und n_3 hinreichend unterscheiden und die Absorption im Medium 2 klein ist. Sie kommen zustande durch Interferenz der an den Grenzflächen Luft - Metall und Metall - Glas reflektierten Wellen. Es handelt sich hierbei um die aus der Optik des sichtbaren Spektralgebietes bekannten Interferenzen gleicher Neigung. Die Reflexion einer monochromatischen elektromagnetischen Welle an einem System planparalleler Schichten isotroper, homogener Medien wird durch eine z.B. bei MAYER [1] und WOLTER [2] angegebene Rekursionsformel beschrieben. Diese Rekursionsformel enthält als Spezialfälle die Fresnelschen Gleichungen für ein 2-Mediensystem und die Airy Formeln für die planparallele Platte für ein 3 Mediensystem.

Aus Reflexionsmessungen kann auf verschiedene Weise der Brechungsindex ermittelt werden. KIESSIG [3], [4] hat im Rahmen seiner Untersuchungen zur Reflexion von Röntgenstrahlen an Nickelschichten gezeigt, daß die aus der Optik des sichtbaren Spektralgebietes bekannte Interferenzbedingung für die Interferenzen gleicher Nei-

---

+) Es ist üblich, auch dann noch von totaler Reflexion zu sprechen, wenn bei schwacher Absorption ein Plateau vorhanden ist, in dem sich die Reflexion nur wenig von totaler unterscheidet.

gung ihre Gültigkeit auch im Gebiet der Röntgenwellenlängen behält. Die Interferenzbedingung verknüpft die Ordnung der Extrema, die Wellenlänge der Strahlung, die Dicke und den Brechungsindex der Schicht und die Winkel, unter denen die Extrema auftreten. Sie gestattet, bei Kenntnis der Wellenlänge, der Winkel der Extrema und deren zugehöriger Ordnung, sowohl die Dicke, als auch den Brechungsindex der Schicht zu bestimmen. Da der Brechungsindex nach der Disperionstheorie in einfacher Weise mit der Dichte zusammenhängt, kann, kennt man ihn, die Dichte der Schicht errechnet werden. So lassen sich bei Beobachtung von mindestens zwei Interferenz-Ordnungen aus der Interferenzbedingung Dicke und Brechungsindex der Schicht und aus dem Brechungsindex die Dichte der Schicht bestimmen.

Ist die Schichtdicke nicht zu klein, so kann bei schwacher Absorption der Schicht, wegen des dann gegebenen scharfen Übergangs von der totalen zur partiellen Reflexion, der Grenzwinkel der Totalreflexion recht genau bestimmt werden. Aus dem Grenzwinkel der Totalreflexion läßt sich der Brechungsindex einfach errechnen.

Eine andere Möglichkeit, die optischen Konstanten zu bestimmen, ist, gemessene und gerechnete Reflexionskurven quantitativ zu vergleichen. Hier verfügt man bei der Rechnung über die optischen Konstanten und versucht so, daß beide Kurven möglichst gut übereinstimmen.

Nach den grundlegenden Arbeiten von KIESSIG [3], [4] wurden Reflexionsmessungen an Aufdampfschichten verschiedenen Materials im Gebiet der Röntgenstrahlen [5 - 21] und im kurzwelligen UV [22] wiederholt zur Bestimmung des Brechungsindex, der Dichte und des Absorptionsindex der Schichten benutzt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind unterschiedlich, sowohl zwischen verschiedenen Autoren, als auch zwischen verschiedenen Arbeiten gleicher Autoren. Verglichen mit den jeweiligen Größen des kompakten Materials werden

Dekremente δ des Brechungsindex bzw. Dichten ρ der Schichten gefunden, die sowohl verschieden [3], [5], [7 - 14], als auch gleich groß [6], [15 - 17], [19 - 22] sind. Die untersuchten Schichtmaterialien waren im wesentlichen Aluminium, Gold, Kupfer, Nickel, Silber und Titan.

In einer Arbeit von PARRAT und Mitarbeitern [17] werden 8 Kupferschichten im Dickenbereich von etwa 1000 Å bis 50 Å untersucht. Es wird gefunden, daß über 200 Å Dicke die Dichte der Schicht gleich der des kompakten Materials ist, daß jedoch unter 200 Å die Dichte der Schicht abnimmt.

Folgende Autoren haben Aluminiumschichten untersucht: 1. HENDRICK [11] 3 Schichten (390 Å, 716 Å und 2500 Å). 2. RIESER [13] 1 Schicht (1320 Å). Sie fanden ein Dekrement des Brechungsindex, das kleiner [11] bzw. größer [13] ist als das des kompakten Materials.
3. HUNTER [22] im kurzwelligen UV unterhalb 800 Å Wellenlänge 2 Schichten (2150 Å und 6150 Å). Er fand ein Dekrement des Brechungsindex, welches mit dem nach der Drudeschen Theorie berechneten übereinstimmt, eine Übereinstimmung auch mit dem Absorptionsindex ist nicht gegeben. 4. HINK und PETZOLD [15], [16] über 20 Schichten (392 Å - 2875 Å). Bei ihnen erweist sich das Dekrement des Brechungsindex als unabhängig von der Dicke der Schichten und stimmt mit dem nach der Disperionstheorie berechneten Wert auf 1,3 % überein.

Von verschiedener Seite wird auf die Wichtigkeit hingewiesen, bei der Herstellung der Schichten eine hohe Aufdampfgeschwindigkeit einzuhalten [16], [17], [23]. WALKENHORST [24] hat gezeigt, daß für Aluminiumschichten, die mit Ausnahme der beiden dünnsten Schichten (458 Å und 624 Å) etwa zwischen 700 Å und 1300 Å dick waren, die Dichte aller Schichten gleich der des kompakten Materials ist, wenn die Aufdampfgeschwindigkeit größer als 10 $\text{Å}\cdot s^{-1}$ ist.

Bei den im hiesigen Institut durchgeführten Untersuchungen von HINK und PETZOLD [15], [16] wurde zur Registrierung eine photographische Schicht benutzt. Diese liefert in einfacher Weise nur die Winkellage der Interferenzextrema. Bei PETZOLD [19], [20] wurde die photographische Schicht durch ein Proportionalzählrohr ersetzt, um das gemessene Reflexionsvermögen auch quantitativ mit der Theorie vergleichen zu können. Von PETZOLD wurden 7 Aluminiumschichten (577 Å - 3165 Å) untersucht. Er fand: das Dekrement des Brechungsindex ist das gleiche wie das des kompakten Materials, die gemessenen Reflexionskurven stimmen mit den nach einem 3-Mediensystem berechneten überein.

Die vorliegende Arbeit schließt an die von PETZOLD an. Es sollte versucht werden, auch für Schichten unter 577 Å Aussagen über das Dekrement des Brechungsindex von Aluminiumschichten zu machen und die Möglichkeit eines Vergleichs zwischen gemessenen und gerechneten Reflexionskurven zu prüfen.

B. Versuchsanordnung

1. Röntgenröhre und Spiegelhalterung

Die Versuchsanordnung war die gleiche, wie sie auch PETZOLD [19], [20] benutzte. Die von HINK [25] beschriebene Mikrofokus-Röntgenröhre wurde mit einigen Vereinfachungen nachgebaut (Abb. 1). Haarnadelkathode (0), Wehneltzylinder (1) und Anode (2) bilden ein elektrostatisches Dreielektrodensystem. Die Hochspannung liefert eine stabilisierte Anlage HA 60 R der Fa. Carl Zeiss. Die Heizung der Haarnadelkathode stabilisiert ein magnetischer Spannungskonstanthalter WS 206 der Fa. Wandel & Goltermann. Sie wird mit einem Regeltrans-

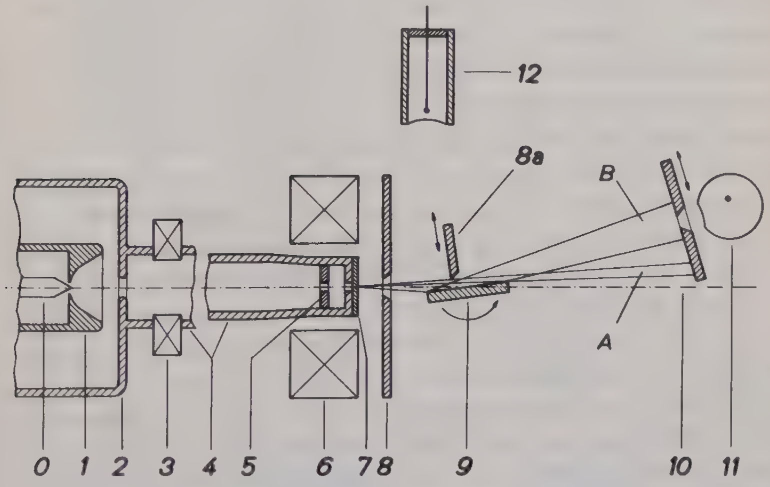


Abb. 1 Versuchsanordnung mit Röntgenröhre.

0	Haarnadelkathode	7	Membranantikathode
1	Wehneltzylinder	8	Bleiblende
2	Anode	8a	Kantenblende
3	magnetische Strahlablenkung	9	Spiegel
4	Anodenrohr	10	Zählrohrspalt
5	Aperturblende	11	Proportionalzählrohr
6	magnetische Polschuhlinse	12	Geiger-Müller-Zählrohr
		A	direkte Strahlung
		B	reflektierte Strahlung

formator und nachfolgendem Isoliertransformator IT 60/30 der Fa. Carl Zeiss eingestellt. Der Elektronenstrahl wird nach Durchlaufen eines magnetischen Strahlablenksystems (3) und einer 0,6 mm$^{\varnothing}$ Aperturblende (5) von der magnetischen Polschuhlinse (6) auf die 11 µm dicke Kupfer-Membranantikathode (7) konzentriert. Die Magnetlinse ist für eine Minimalbrennweite von 2 mm ausgelegt und wird mit einem stromstabilisierenden Netzgerät IN 300/300 SR der Fa. Herrmann betrieben. Sie ist auf einem Flachreiter montiert und steht auf einer optischen Bank. Auf derselben optischen Bank stehen die Spiegelverstellung, das Zählrohr (11) und der für die Justierung benötigte Leuchtschirm. Die Bleiblende (8) blendet die Röntgenstrahlung grob aus und soll den Streuuntergrund klein halten. Eine einfache Kantenblende (8a) aus 2,5 mm Wolfram nimmt die sonst am Spiegel (9) vorbeigehende Strahlung weg, die sich der reflektierten überlagern würde, läßt aber alle vom Spiegel reflektierte Strahlung durch. Der Glasspiegel (9) wird vor der Bedampfung mit verdünntem UHU-Alleskleber an eine Halterung geklebt. Die Halterung paßt mit einem Konus in die Spiegelverstellung. Die Spiegelverstellung gestattet, den Spiegel bezüglich der Höhe, Seite (senkrecht zur Höhe und Strahlrichtung) und Winkellage grob zu verstellen, und besitzt darüber hinaus eine Feinverstellung für die Winkellage (0,02 Umdr $\hat{=}$ 1 SkT $\hat{=}$ $2 \cdot 10^{-5}$ Rad). Die fokusabgewandte Spiegelkante befindet sich direkt über dem Drehpunkt für die Winkeleinstellung. Das erleichtert das Justieren, indem die Projektion der Spiegelkante auf dem Leuchtschirm ihre Lage nicht ändert, wenn die Winkelverstellung betätigt wird. Der Abstand Spiegel-Fokus soll so klein wie möglich sein. Er bestimmt den maximalen Winkelbereich, für den Reflexionsmessungen möglich sind.

2. Zählrohr und Spektrometer

Zur Messung wurde das Proportionalzählrohr IZ 10/P mit seitlich angebrachtem 3 mm breitem Glimmerfenster aus dem Laboratorium Prof. Berthold [26] benutzt. Das Zählrohr (11) steckt mit seinem Sockel direkt in dem White-Kathodenverstärker [27] und ist mit diesem zusammen an eine spindelgetriebene Zählrohrverschiebung geflanscht. Vor dem Zählrohrfenster wird die Strahlung durch eine ca. 14 µm dicke Nickelfolie gefiltert und von einem verstellbaren Spalt aus 2,5 mm Wolfram (10) ausgeblendet. Die Spalthöhe wird durch Bleiblenden auf 10 mm begrenzt. Zählrohr mit Filter und Spalt werden mit einer Mikrometerspindel (0,02 Umdr $\hat{=}$ 1 SkT $\hat{=}$ $2{,}5 \cdot 10^{-4}$ Rad) parallel zur fokusabgewandten Spiegelkante eingestellt, sie können mit einer zweiten Mikrometerspindel um eine vertikale Achse geschwenkt werden. Ein Synchronmotor mit Wechselgetriebe gestattet, Zählrohr mit Filter und Spalt lateral, geradlinig zu verschieben und so direkte und reflektierte Strahlung abzufahren. Die das Zählrohr treffende Strahlung wird mit dem in Abb. 2 im Blockbild gezeigten Spektrometer selektiv nachgewiesen. Die Hochspannung für das Zähl-

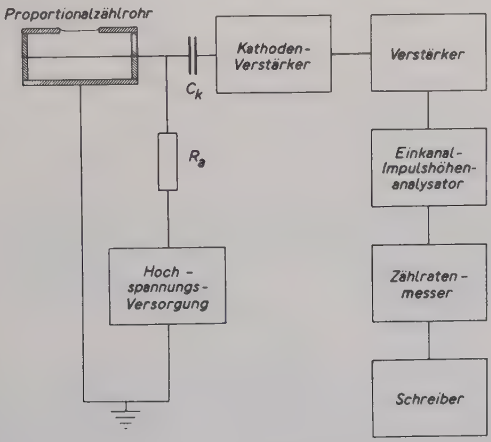

Proportionalzählrohr
C_k
Kathoden-Verstärker
Verstärker
R_a
Einkanal-Impulshöhenanalysator
Hochspannungs-Versorgung
Zählratenmesser
Schreiber

Abb. 2 Prinzipschaltbild der Anordnung zur selektiven Messung der Röntgenstrahlung.

rohr liefert ein elektronisch stabilisiertes Netzgerät, Type 532/A der Fa. Isotope Developments Limited (IDL). Die weiteren Geräte des Spektrometers sind ein Impulsverstärker nach FAIRSTEIN [27], Type NE 5202 der Fa. Nuclear Enterprises Ltd., ein Einkanal-Impulshöhenanalysator, Type 672 der Fa. IDL und ein Zählratenmesser, Model N-730 der Fa. Hamner Electronics Co., Inc. Die Zählrate wird von einem elektronischen Kompensationsschreiber, Linecomp, der Fa. Hartmann & Braun aufgezeichnet.

Am Spiegel und an der Kantenblende gestreute Strahlung wird von einem Geiger-Müller-Zählrohr (12) in Verbindung mit einem Zählratenmesser, Model 2850 der Fa. Beckman Instruments, Inc., der gleichzeitig die Hochspannung für das Zählrohr liefert und einem nachfolgenden Linienschreiber der Fa. Siemens & Halske registriert. Auf diese Weise ist es möglich, Intensitätsänderungen der Röntgenröhre während der Registrierung einer Reflexionskurve zu korrigieren.

C. Versuchsdurchführung

1. Meßprinzip

Das Prinzip der Messung ist in Abb. 3 skizziert. Es wird mit divergenter Strahlung gearbeitet. Der Fokus der Röntgenröhre hat einen Durchmesser von ca. 5 μm, was aus der registrierten Kantenunschärfe der fokusabgewandten Spiegelkante abgeschätzt werden kann. Die nachgewiesene, durch Nickel gefilterte Röntgenstrahlung der Membranantikathode besteht weitgehend nur aus Cu K_α-Strahlung [19], [28]. In Längsrichtung kommt jedem Ort der Spiegeloberfläche ein bestimmter Glanzwinkel i zu. Die geometrische Betrachtung der Abb. 3 gibt für die Berechnung der Winkel [19], [29]:

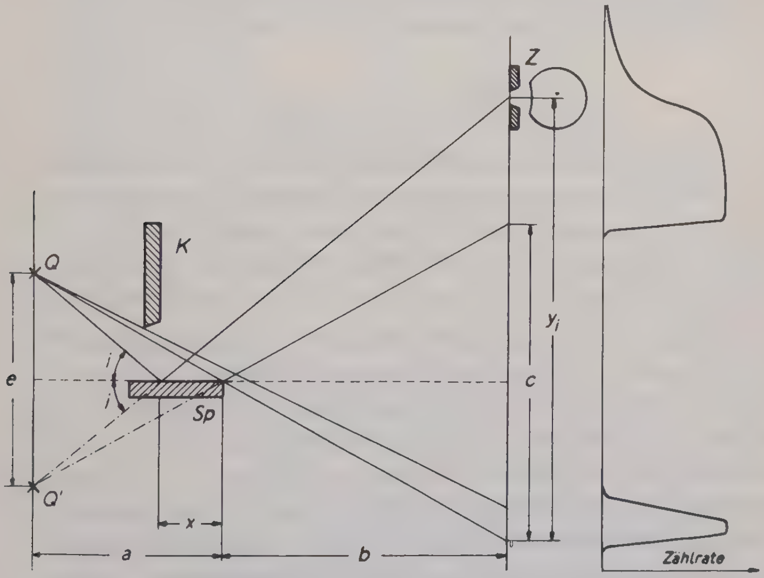


Abb. 3 Geometrie der Versuchsanordnung zur Bestimmung der Glanzwinkel i aus den Registrierschrieben.
Q Fokus der Röntgenröhre
Q' Spiegelbild von Q
Sp unbedampfter Spiegel
K Kantenblende
Z Proportionalzählrohr mit Zählrohrspalt

$$\mathrm{tg}\, i = \frac{y_i - c/2}{b + x} = \frac{e/2}{a - x}\,, \qquad \text{mit} \quad e = c \cdot a/b\,,$$

$$i \approx \mathrm{tg}\, i = \frac{y_i - \frac{1}{2} \cdot c \cdot (1 - a/b)}{a + b}\,. \tag{1}$$

Reflektierter und direkter Strahl werden mit dem Zählrohr abgefahren. Ist N die Zählrate an irdendeinem Ort y_i und N_o die maximale im direkten Strahl, so ist das Intensitäts-Reflexionsvermögen

$$\rho^2(i) = \frac{N}{N_o}\,. \tag{2}$$

Die Lage der fokusabgewandten Spiegelkante in Projektion und in Reflexion wird dem Schrieb bei $N/N_o = 0{,}5$ entnommen. Die so ermittelte Kantenlage stimmt mit der geometrischen umso besser überein, je weniger sich die angezeigte Intensität in der Nähe der Kante ändert [19].

Solange die Reflexionskurven eines 3-Mediensystems zwei und mehr Interferenz-Ordnungen aufweisen, können Dicke und Dekrement des Brechungsindex der Schichten aus den KIESSIGschen Geraden [29] bestimmt werden. Die Zuordnung der Ordnungen n zu den Glanzwinkeln i, unter denen die Interferenzen beobachtet werden, bereitet im Dickenbereich unter 600 Å keine Schwierigkeiten, da dem ersten beobachteten Maximum immer die Ordnung n = 1 zukommt. Die von KIESSIG [4] angegebene Form der Interferenzbedingung ist

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_2 \cdot \sqrt{i^2 - 2 \cdot \delta_2} + f_{1,2} - f_{2,3}\,, \tag{3}$$

$f_{1,2}$ ist der Phasensprung an der Grenzfläche Luft-Metall, $f_{2,3}$ an der Grenzfläche Metall-Glas. KIESSIG setzt $f_{1,2} = 0$ und $f_{2,3} = \lambda/2$, vernachlässigt wurde der Einfluß der Absorption und es wurde gesetzt $(1 - \delta_2)^2 \approx 1 - 2 \cdot \delta_2$ und $\cos^2 i \approx 1 - i^2$. Indem man nach [29] einführt $m = \frac{2 \cdot n + 1}{2}$, wobei den Minima halbzahlige und den Maxima ganzzahlige Ordnungen zukommen, ergibt sich

$$i^2 = 2\cdot\delta_2 + \left(\frac{\lambda/2}{d_2}\right)^2\cdot m^2 \; . \tag{4}$$

$i^2 = f(m^2)$ ist eine Gerade, der Ordinatenabschnitt ist $2\cdot\delta_2$ und der Anstieg ein Maß für die Schichtdicke.

Die für einen Vergleich gemessener und gerechneter Reflexionskurven benötigten gerechneten Kurven folgen aus dem Amplituden-Reflexionsvermögen eines 3-Mediensystems [1], [2]

$$\mathfrak{R} = \mathfrak{r}_{1,2,3} = \frac{\mathfrak{r}_{1,2} + \mathfrak{r}_{2,3}\cdot e^{-2\cdot\gamma_2\cdot d_2}}{1 + \mathfrak{r}_{1,2}\cdot\mathfrak{r}_{2,3}\, e^{-2\cdot\gamma_2\cdot d_2}} \; . \tag{5}$$

Das Intensitäts-Reflexionsvermögen ist damit

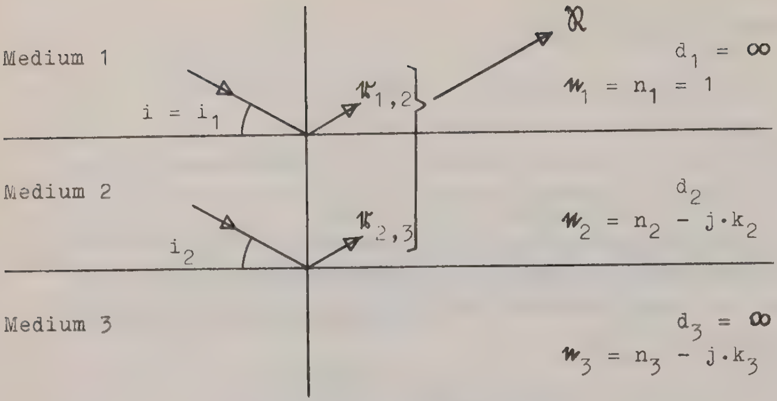
$$\rho^2(i) = |\mathfrak{R}|^2 \tag{6}$$

Dabei sind
$$\mathfrak{r}_{1,2} = \frac{g_1 - g_2}{g_1 + g_2} \tag{7}$$

und
$$\mathfrak{r}_{2,3} = \frac{g_2 - g_3}{g_2 + g_3} \tag{8}$$

die bekannten Fresnelschen Formeln für das Amplituden-Reflexionsvermögen an den Grenzflächen zwischen den Medien 1 und 2, bzw. 2 und 3. Die Bedeutung der weiteren Größen in (5) bis (8), der Index gibt das jeweilige Medium an, ist:

i = Glanzwinkel der einfallenden Welle,
$\mathfrak{n}_1 = n_1 - j\cdot k_1 = 1 - \delta_1 - j\cdot k_1$ = Brechungsindex, $j^2 = -1$,
$g_1 = \mathfrak{n}_1\cdot\sin i_1$ für die TE-Welle,
$ = \dfrac{\sin i_1}{\mathfrak{n}_1}$ für die TH-Welle,
$\gamma_1 = j\cdot\frac{2\cdot\pi}{\lambda}\cdot\mathfrak{n}_1\cdot\sin i_1$,
λ = Wellenlänge in Luft (Vakuum),
d_1 = Schichtdicke.


Medium 1
Medium 2
Medium 3
$i = i_1$
i_2
$\mathfrak{r}_{1,2}$
$\mathfrak{r}_{2,3}$
$\mathfrak{R}$
$d_1 = \infty$
$\mathfrak{n}_1 = n_1 = 1$
d_2
$\mathfrak{n}_2 = n_2 - j\cdot k_2$
$d_3 = \infty$
$\mathfrak{n}_3 = n_3 - j\cdot k_3$

Für die Rechnung ist es nach PFEIFFER [30] zweckmäßig, zur Abkürzung $g_1 = a_1 - j\cdot b_1$ einzuführen. Man erhält so:

$$\mathfrak{r}_{1,2} = \frac{\sin^2 i - (a_2^2+b_2^2) + j\cdot 2\cdot b_2\cdot \sin i}{\sin^2 i + (a_2^2+b_2^2) + 2\cdot a_2\cdot \sin i} \qquad (9)$$

$$\rho_{1,2}^2(i) = |\mathfrak{r}_{1,2}|^2 = \frac{\sin^2 i + (a_2^2+b_2^2) - 2\cdot a_2\cdot \sin i}{\sin^2 i + (a_2^2+b_2^2) + 2\cdot a_2\cdot \sin i}$$

$$\mathfrak{r}_{2,3} = \frac{(a_2^2+b_2^2)-(a_3^2+b_3^2)+j\cdot 2\cdot (a_2\cdot b_3-a_3\cdot b_2)}{(a_2^2+b_2^2)+(a_3^2+b_3^3)+2\cdot (a_2\cdot a_3+b_2\cdot b_3)} \,. \qquad (10)$$

Für eine TE-Welle ist dabei

$$\begin{aligned} 2\cdot a_1^2 &= \sqrt{(n_1^2-k_1^2-\cos^2 i)^2+(2\cdot n_1\cdot k_1)^2}+(n_1^2-k_1^2-\cos^2 i) \\ 2\cdot b_1^2 &= \sqrt{(n_1^2-k_1^2-\cos^2 i)^2+(2\cdot n_1\cdot k_1)^2}-(n_1^2-k_1^2-\cos^2 i) \end{aligned} \qquad (11)$$

und $$a_1\cdot b_1 = n_1\cdot k_1 \,.$$

In dem Winkelbereich, der hier von der Messung erfaßt wird, ist der Unterschied zwischen reflektierter TH- und TE-Welle kleiner als der Meßfehler. Die rechnerisch einfacher zu behandelnde TE-Welle ist daher repräsentativ für die Beschreibung der Reflexion und wird im folgenden ausschließlich betrachtet.

Es seien hier noch die das Amplituden-Reflexionsvermögen beschreibenden Rekursionsformeln [1], [2] für ein l-Mediensystem angegeben:

$$\mathfrak{R} = \mathfrak{r}_{1,\dots,l} = \frac{\mathfrak{r}_{1,2} + \mathfrak{r}_{2,\dots,l}\cdot e^{-2\cdot\gamma_2\cdot d_2}}{1 + \mathfrak{r}_{1,2}\cdot\mathfrak{r}_{2,\dots,l}\cdot e^{-2\cdot\gamma_2\cdot d_2}} \qquad (12)$$

$$\mathfrak{r}_{2,\dots,l} = \frac{\mathfrak{r}_{2,3} + \mathfrak{r}_{3,\dots,l}\cdot e^{-2\cdot\gamma_3\cdot d_3}}{1 + \mathfrak{r}_{2,3}\cdot\mathfrak{r}_{3,\dots,l}\cdot e^{-2\cdot\gamma_3\cdot d_3}}$$

$$\mathfrak{r}_{l-2,l-1,l} = \frac{\mathfrak{r}_{l-2,l-1} + \mathfrak{r}_{l-1,l}\cdot e^{-2\cdot\gamma_{l-1}\cdot d_{l-1}}}{1 + \mathfrak{r}_{l-2,l-1}\cdot\mathfrak{r}_{l-1,l}\cdot e^{-2\cdot\gamma_{l-1}\cdot d_{l-1}}}$$

Alle zweifach indizierten $\mathfrak{r}$ sind entsprechend (7) und (8) die Fresnelschen Formeln für das Amplituden-Reflexionsvermögen an der Grenzfläche zwischen den indizierten Medien. Die mehrfach indizierten $\mathfrak{r}$ geben das gesamte im Medium mit dem niedrigsten Index meßbare, von allen höherindizierten Medien mitbestimmte Amplituden-Reflexionsvermögen der den Indizes entsprechenden Mehrfachschicht an.

2. Herstellung der Schichten

Die Aluminiumschichten werden im Hochvakuum durch Aufdampfen auf Glasspiegel hergestellt. Die Spiegel aus Glas BK 7 haben die Abmessungen 60 x 20 x 7, jeweils in mm. Die Ebenheit ist laut Angabe des Herstellers, der Fa. Optische Werkst. Bernhard Halle Nachf., parallel zur kurzen bzw. langen Kante λ/10 bzw. λ/2 der Wellenlänge der grünen Hg-Linie. Das Verdampfungsgut ist Aluminiumband, reinst (mindestens 99,99 %) der Fa. Merck. Es wird aus zylindrischen Wolframwendeln verdampft. Der Abstand Wendel-Spiegel ist 200 mm. Die für einen ebenen Spiegel der Länge 60 mm zu erwartende Abnahme der Schichtdicke von der Spiegelmitte zum Rand hin ergibt sich damit zu ca. 2 %. Die Verdampfungsquelle wird für die Abschätzung als punktförmig angenommen. Unmittelbar vor dem Verdampfen werden Wendel und Aluminium kurzzeitig bei schwacher Rotfärbung ausgeglüht. Während des Ausglühens wird der Spiegel durch eine Blende über der Wendel abgeschattet. Das Aufdampfen bewirkt einen Druckanstieg im Rezipienten auf etwa $(2 - 3)\cdot 10^{-5}$ torr. Die Aufdampfgeschwindigkeit ist bei allen Schichten größer als 10 $\text{Å}\cdot\text{s}^{-1}$. Die Spiegel werden vor der Bedampfung mit Aceton, Alkohol und destilliertem Wasser unter Zuhilfenahme von Watte sorgfältig gesäubert. Alte Schichten werden mit verdünnter Salzsäure abgelöst.

3. Versuchsbedingungen

Die Betriebsbedingungen für Röntgenröhre und Spektrometer, um weitgehend monochromatisch nur Cu K_α-Strahlung nachzuweisen, hat PETZOLD [19], [28] angegeben, desgleichen die für die Korrektion von Totzeitverlusten benötigte Totzeit des Proportionalzählrohres. Die Registrierparameter werden nach HINK [31] so gewählt, daß die zu erwartende Verformung der Interferenzextrema 1 % nicht übersteigt. Im einzelnen sind:

Vakuum $1\cdot 10^{-5}$ torr oder besser,
Anodenspannung 38 kV bei einer Welligkeit von $2{,}5\cdot 10^{-5}$,
Emissionsstrom (40 - 60) µA,
Cu-Membranantikathode 11 µm dick, Fokusdurchmesser (Halbwertsbreite) ca. 5 µm,
Ni-Filter 14 µm dick, 20 mm vor dem Zählrohrspalt, um Cu K_β-Strahlung zu unterdrücken,
Zählrohrspalt (5 - 95) µm breit, je nach der Halbwertsbreite der Interferenzextrema,
Proportionalzählrohr IZ 10/P mit seitlich angebrachtem 3 mm breitem Glimmerfenster, xenongefüllt,
Zählrohrverschiebung lateral, geradlinig 100 $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$, mit Synchronmotor und Wechselgetriebe,

Zählrohrspannung 1900 V,
Totzeit 17,5 µs ± 1 %,
Verstärkung maximal, ca. $5\cdot10^4$,
Kanalbreite 10 V,
Schwellwert des Diskriminators wird so eingestellt, daß der Kanal symmetrisch zum Maximum der gaußförmigen Impulshöhenverteilung der Cu K_α-Strahlung liegt,
Verhältnis der im Kanal 10 V gemessenen Zählrate zur integralen ca. 80 %,
Zeitkonstante des Ratemeters (1 - 8) s, je nach der Halbwertsbreite der Interferenzextrema,
Konstanz der Röntgenstrahl-Emission $5\cdot10^{-2}$ h^{-1} oder besser,
Abstand Fokus-Zählrohrspalt 414,5 mm,
Abstand Fokus-fokusabgewandte Spiegelkante 65 mm,
Spiegel aus Glas BK 7, Größe 60 x 20 x 7, jeweils in mm,
Verdampfungsgut Aluminiumband, reinst, mindestens 99,9 %.

Die Breite des Zählrohrspaltes Δ und Zeitkonstante τ des Ratemeter werden nach folgenden Beziehungen [31] gewählt (HWB ist die Halbwertsbreite des zu registrierenden Interferenzextremums und $v = 100\ \mu m\cdot min^{-1}$ die Geschwindigkeit des Zählrohrspaltes):

$$\begin{aligned} 2{,}35\cdot\frac{\Delta}{HWB} &< 0{,}5 \\ \frac{HWB}{2{,}35\cdot v\cdot\tau} &> 8\ . \end{aligned} \qquad (13)$$

Wie die Messungen von PETZOLD [19] gezeigt haben, wird die Halbwertsbreite der Interferenzextrema größer, wenn die Schichtdicke kleiner wird. Nach (13) ist es dann möglich, die Breite des Zählrohrspaltes zu vergrößern. Hierdruch gewinnt man an Zählrate und kann den Meßbereich zu größeren Glanzwinkeln erweitern. Die höhere Zählrate, besonders im direkten Strahl und Gebiet der Totalreflexion, verkürzt aber das Lebensalter des Zählrohres. Um das zu verhindern, werden zuerst mit engem Zählrohrspalt direkter und totalreflektierter Strahl registriert, anschließend mit breitem Spalt das gesamte Interferogramm, jedoch wird die Strahlung im Gebiet des direkten und totalreflektierten Strahles durch Aluminium-Filter geschwächt. Die Schwächungsfaktoren der Al-Filter sind im direkten Strahl gemessen. Sie betragen 9,4 ± 0,1 für das eine und 72 ± 1 für das andere Al-Filter. Die Lage der fokusabgewandten Spiegelkante, sowohl in Projektion als auch in Reflexion, ändert sich mit und ohne Filter nicht. Die mit engem und breitem Zählrohrspalt gemessenen Kurven können daher zusammengesetzt werden. Die Intensitäten der direkten und totalreflektierten Strahlung werden der Registrierung mit engem Spalt, die der partiell reflektierten Strahlung der Registrierung mit breiterem Spalt (und Al-Filter) entnommen.

4. Zählrohranzeige bei lateraler Verschiebung

Die Zählrohranzeige bei lateraler, geradliniger Verschiebung des Zählrohres mit Filter und Spalt, wobei sich Spiegel und einfache Kantenblende (9 und 8a in Abb. 1) nicht im Strahlengang befinden, muß nach der Arbeit von PETZOLD [19] hier neu geprüft werden. Es hatte sich ergeben: Trifft die eintretende Strahlung den Zähldraht, so ist die Anzeige ein Minimum. Bei Verschieben des Zählrohres nimmt die Anzeige zunächst zu, bleibt dann über einen Bereich von etwa $12 \cdot 10^{-3}$ Rad konstant, um dann allmählich wieder abzunehmen. Der Winkelbereich konstanter Anzeige reicht für die hier durchzuführenden Messungen nicht aus, da, wie aus (4) ersichtlich, bei dünneren Schichten alle Interferenzordnungen zu größeren Glanzwinkeln wandern.

Die Isotropie der Röntgenstrahlung ist nach Messung von HINK [32] über einen Winkelbereich von etwa $17 \cdot 10^{-2}$ Rad gegeben. Eine Nachmessung hat dieses Ergebnis verifiziert.

Eine Betrachtung des Abstandsgesetzes hat zum Ergebnis, daß eine Abnahme der Zählrohranzeige von $2 \cdot 10^{-3}$ zu erwarten ist, wenn das Zählrohr über einen Winkelbereich von ca. $45 \cdot 10^{-3}$ Rad lateral, geradlinig verschoben wird, gegenüber einer Verschiebung auf einem Kreisbogen mit dem Fokus als Zentrum. Die beobachtete Abweichung [19] ist um mehr als eine Größenordnung höher.

Weiter wird zur Klärung der Frage der Winkelabhängigkeit der Zählrohranzeige bei lateraler, geradliniger Verschiebung die Winkelabhängigkeit an einem festen Ort y_i (Abb. 3) direkt gemessen (Abb. 4). Das Zählrohr wird bei feststehendem Spalt um eine Achse gedreht, deren Verlängerung in der Mitte des 3 mm breiten Zählrohrfensters liegt. Der Spalt, 5 µm breit, blendet den Röntgenstrahl 30 mm vor dem Zählrohrfenster aus. α ist der Winkel zwischen einfallender Röntgenstrahlung und der Fensternormalen. Der Nullpunkt der Winkelskala ist so gelegt, daß das Plateau bei 0 Rad beginnt. Ergebnis der Messung ist, daß sich an das Zähldraht-Minimum ein Bereich von wenigstens $35\cdot10^{-2}$ Rad anschließt, in dem die Zählrohranzeige vom Einfallswinkel unabhängig ist.

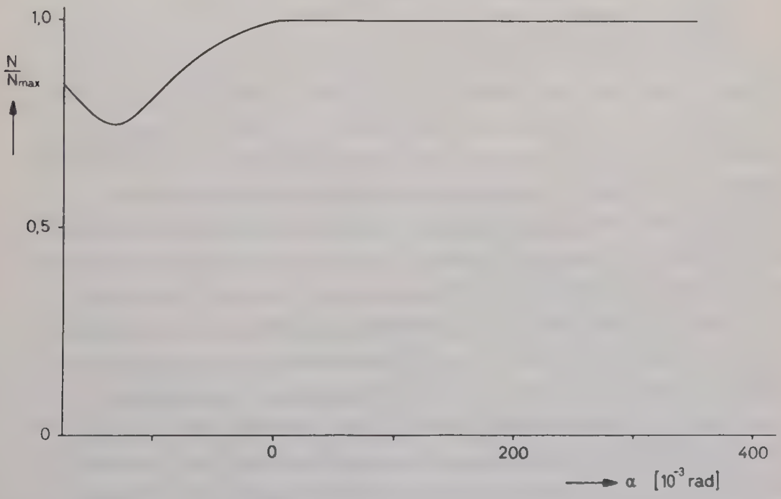


Abb. 4 Relative Zählrohranzeige als Funktion des Einfallwinkels α. Das Zählrohr wird an einem festen Ort, bei feststehendem, 5 µm breitem Spalt, um eine Achse gedreht, deren Verlängerung in der Mitte des 3 mm breiten Zählrohrfensters liegt. α ist der Winkel zwischen einfallender Strahlung und Fensternormalen.

Die Prüfung mit einem Komparatur ergibt, daß eine der Spaltbacken an Stelle einer Schneide eine Stufe der Höhe h = (10 - 20) µm hat (Abb. 5). Diese Stufe bedingt bei lateraler, geradliniger Verschiebung des Zählrohres die Abnahme der Zählrohranzeige bei größeren Einfallswinkeln α, indem die effektive Spaltbreite mit zunehmendem α kleiner wird.

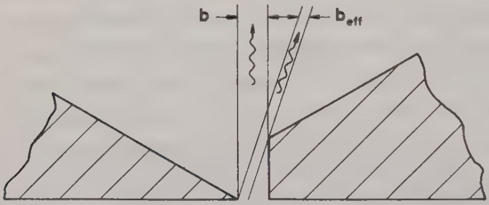


Abb. 5 Zur Geometrie des Zählrohrspaltes.

Auf Grund dieses Befundes wird eine Justierung herbeigeführt, bei der der Einfluß der Stufe minimal ist. Für diese ist die relative Zählrohranzeige bei lateraler, geradliniger Verschiebung für zwei verschiedene Spaltbreiten in Abb. 6 dargestellt, und zwar sowohl als Funktion des Einfallwinkels α, als auch des in Abb. 3 bezeichneten Ortes y_i. Die Nullpunkte beider Abszissenskalen sind willkürlich. Für einen 15 µm und breiteren Spalt kann Strahlung im y_i-Bereich zwischen 6,2 cm und 7,2 cm ($\hat{\approx}$ $24 \cdot 10^{-3}$ Rad) ohne Ortskorrektur nachgewiesen werden. Messungen mit der auch benutzten Spaltbreite 5 µm müssen entsprechend korrigiert werden. Eine Verschiebung der Kantenlage, wie sie PETZOLD [19] diskutiert, wenn die Anzeige im Kantenbereich nicht konstant ist, bleibt hier unberücksichtigt. Sie ist stets kleiner als die Ablesegenauigkeit der y_i.

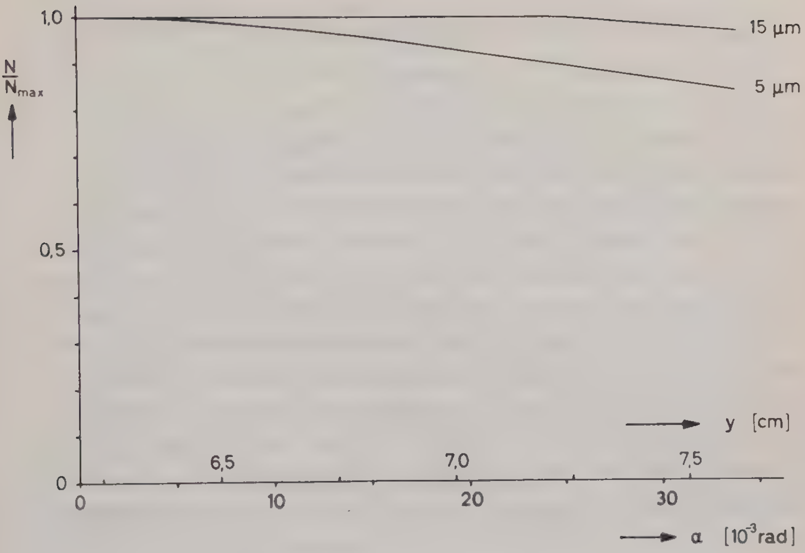


Abb. 6 Relative Zählrohranzeige bei lateraler, geradliniger Verschiebung des Zählrohres als Funktion des Ortes y und des Einfallwinkels α für zwei verschiedene Spaltbreiten.

5. Justierung der Anordnung

Die gesamte Anordnung wird mehrere Stunden vor der Messung in Betrieb gesetzt. Während dieser Zeit erreicht die Temperatur im Labor einen Wert zwischen 35 °C und 40 °C, der während der Meßdauer auf ± 2 °C konstant bleibt. Für die Scharfeinstellung des Linsenstromes wird an die Stelle der Bleiblende (8 in Abb. 1) ein Silber-Maschengitter gebracht. Das Gitter hat eine Stegbreite und Periode von 3 µm und 17 µm. Nach der Schärfe der auf einem Leuchtschirm zu beobachtenden Schattenprojektion des Gitters wird der Strom der Magnetlinse eingestellt. Anschließend wird das Gitter wieder aus dem Strahlengang entfernt und die Bleiblende angebracht. Sie muß so justiert werden, daß der Spiegel ganz bestrahlt wird und der direkte Strahl zu beobachten ist. Hierzu sind auf einem Leuchtschirm zwei Marken angebracht. Auf diese werden in der Projektion die Ränder der Blende eingestellt. Der Leuchtschirm nimmt während der Justierung die Stelle des Zählrohres mit Spalt (11 und 10 in Abb. 1) ein. Dann wird die Spiegelverstellung auf die optische Bank gesetzt und der frisch bedampfte Spiegel eingesetzt und justiert. Hierbei ist zu beachten, daß direkte und reflektierte Strahlung das Zählrohr im y_i-Bereich konstanter Anzeige, zwischen 6,2 cm und 7,2 cm (Abb. 6), trifft. Um das zu erreichen, ist eine dritte Markierung auf dem Leuchtschirm angebracht. Auf diese wird durch laterales Verschieben des Spiegels die Projektion der fokusabgewandten Spiegelkante eingestellt. Die Winkellage des Spiegels wird so gewählt, daß der totalreflektierte Strahl gut sichtbar ist. Die einfache Kantenblende (8a in Abb. 1) wird dichter an den Spiegel gefahren. Sie muß die am Spiegel vorbeigehende Strahlung im Bereich der Reflexionskurve abschatten, darf aber nicht die maximale Zählrate im direkten Strahl herabsetzen oder am Spiegel reflektierte Strahlung abschatten. Hiernach wird der Leuchtschirm gegen das Zählrohr mit Spalt ausgetauscht und der Zählrohrspalt parallel zur fokusabgewandten Spiegelkante ausgerichtet. Das geschieht durch Registrieren der Kantenunschärfe. Es wird die Stellung kleinster Unschärfe aufgesucht [19]. Die Unschärfe sei durch das Δy_i zwischen den ungefähren Werten 0,1 N_{max} und 0,9 N_{max} gegeben. Vom Aufdampfen bis zum Meßbeginn vergehen im Durchschnitt ca. eine halbe Stunde.

D. Reflexionsmessungen

1. Untersuchungen an unbedampften Glasspiegeln

Reflexionskurven, gemessen an zwei verschiedenen, unbedampften Spiegeln aus Glas BK 7, sind in Abb. 7 dick durchgezogen dargestellt. Die Ordinate ist das Intensitäts-Reflexionsvermögen. Die Abszisse ist der nach (1) ermittelte Glanzwinkel i, reduziert auf den Grenzwinkel der Totalreflexion $\sqrt{2 \cdot \delta_{Al}}$ des Aluminiums. Hier und im folgenden wird bei der Winkelreduktion für $\delta_{Al} = 8{,}40 \cdot 10^{-6}$ gesetzt. In die Darstellung sind fünf weitere Kurven, gerechnet nach (7) bzw. (5) unter der Annahme von 2 bzw. 3 Medien, miteingezeichnet. Die bei der Rechnung benutzten Werte für δ, k und d sind in Tab. 1 angegeben. Medium 1 sei stets Luft, absorptionsfrei, δ = 0 und d = ∞. Unabhängig von der Anzahl der Medien sei auch für das letzte Medium d = ∞.

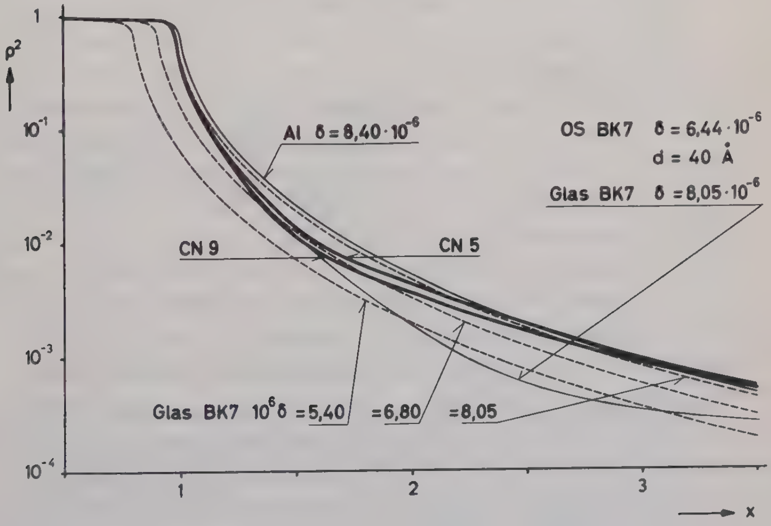


Abb. 7 Gerechnete Reflexion am Glas BK 7 für verschiedene δ-Werte, am kompakten Aluminium und an einem 3-Mediensystem mit einer Oberflächenschicht auf dem Glas (OS BK 7). Dick durchgezogen sind die an 2 verschiedenen, unbedampften Spiegeln gemessenen Reflexionskurven.

Medium	$10^6 \cdot \delta$	$10^7 \cdot k$	d [Å]	dargest.	Literatur
2 Glas BK 7	5,40	1,41	∞	- - - -	[20]
2 Glas BK 7	6,80	1,41	∞	– – – –	[16]
2 Glas BK 7	8,05	1,41	∞	- - - -	[20]
2 Aluminium	8,40	1,63	∞	———	[19],[20]
2 Oberflächenschicht BK 7	6,44	1,13	40	)———	nach [14]
3 Glas BK 7	8,05	1,41	∞	)	[20]

Tabelle 1: Zusammenstellung der Literaturwerte für die Dekremente δ, die Absorptionsindizes k und die Schichtdicken d, mit denen die gerechneten Kurven der Abb. 7 ermittelt sind.

Die gemessenen Kurven beginnen zwischen $0{,}7 \leq x \leq 0{,}8$, je nach Winkeleinstellung beim Justieren. Deren relative Genauigkeit ist im wesentlichen durch die Zählstatistik gegeben. Sie wird in Tab. 2 angegeben.

ρ^2	$\frac{\Delta(\rho^2)}{\rho^2}$ [%]
1	ca. 2
10^{-1}	5
10^{-2}	3 - 10
10^{-3}	10 - 33

Tabelle 2: Fehler der gemessenen Reflexionskurven. In den unteren Bereichen gilt der kleiner Fehler für 100 µm Spaltbreite, der größere für 10 µm.

Die gemessenen Reflexionskurven stimmen mit der einen gerechneten 2-Medien-Glaskurve ($\delta = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$) im Gebiet der Totalreflexion und im steil abfallenden Übergangsgebiet zur partiellen Reflexion, Nancy SCOTT nennt diese Teile der Reflexionskurve Plateau und Knie, innerhalb der angegebenen Fehlergrenzen gut überein. Mit zunehmendem Glanzwinkel, zwischen x = 1,0 (das ist verabredungsgemäß der reduzierte Grenzwinkel der Totalreflexion des kompakten Aluminiums) und x = 1,4, fallen sie steiler. Im x-Bereich zwischen 1,4 und 1,7 verlaufen die gemessenen Kurven im Zuge der mit $\delta = 6{,}80 \cdot 10^{-6}$ gerechneten 2-Medien-Glaskurve, um dann für x > 1,7 bis $x = 3{,}5$ langsamer zu fallen. Am Ende des Bereiches, bei $x = 3{,}5$, ist das gemessene Intensitäts-Reflexionsvermögen größer als das der gerechneten 2-Medienkurve, mit $\delta = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$ für Glas. Es muß aber darauf hingewiesen werden, daß am Ende des gemessenen x-Bereiches die Differenz zwischen gemessenem und gerechnetem ρ^2 innerhalb der Fehlergrenze der Messung liegt.

Eine qualitativ gleiche Abweichung, wie beschrieben, haben sowohl Nancy SCOTT [14] für soft glass, als auch PETZOLD [19], [20] für Glas BK 7 gefunden. Beide messen bis ca. $x = 1{,}6$. Durch Einführen einer Oberflächenschicht, deren Dekrement gleich dem 0,8fachen Dekrement des kompakten Glases gesetzt und deren Dicke zu 50 Å angenommen werden, kommt Nancy SCOTT zu einer Übereinstimmung zwischen gemessener und gerechneter Reflexionskurve. Auch die in der vorliegenden Arbeit gemessenen Reflexionskurven werden im Bereich $x \leq 1{,}6$ von einem solchen 3-Mediensystem beschrieben (Abb. 7), wobei die Dicke der Oberflächenschicht zu $d = 40$ Å angenommen werden muß. Für $1{,}6 < x \leq 3{,}5$ ist keine Übereinstimmung mehr vorhanden. PETZOLD erhält für Glas BK 7, aus Messungen nach der Prismenmethode, unabhängig von der Eindringtiefe der Strahlung zwischen ca. (1000 - 4000) Å, $\delta = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$. Eine Abschätzung nach der Dispersionsformel [33] (es bedeuten Z und A die Ordnungszahl und das Atomgewicht eines Elementes, λ die Wellenlänge in cm und ρ die Dichte in $g \cdot cm^{-3}$)

$$\delta = 2{,}70 \cdot 10^{10} \cdot \frac{Z}{A} \cdot \rho \cdot \lambda^2, \qquad (14)$$

auf Grund der ungefähren chemischen Zusammensetzung, ergibt $\delta = 8{,}0 \cdot 10^{-6}$. Er schließt daraus, daß dieser Wert das Dekrement des Brechungsindex des kompakten Glases BK 7 ist, da eine etwa in Frage kommende Oberflächenschicht die Dichte nicht meßbar verändert. Weiterhin berechnet PETZOLD aus den gemessenen Reflexionskurven für Glas BK 7, indem er die Fresnelsche Gleichung bei Vernachlässigung von Absorption nach δ auflöst, winkelabhängige δ-Werte. Diese liefern, in die

Fresnelsche Gleichung wieder eingesetzt, die gemessenen Reflexionskurven. Es ergibt sich, daß δ für ca. $0,98 < x < 1,25$ von $8,05 \cdot 10^{-6}$ auf $5,4 \cdot 10^{-6}$ abnimmt, um dann für ca. $1,25 < x < 1,6$ konstant zu bleiben bei $5,4 \cdot 10^{-6}$. Auch die Eindringtiefe der Röntgenstrahlen bei der Reflexion wird berechnet. Im Gebiet der Totalreflexion ist die Eindringtiefe ca. 100 Å, im Gebiet partieller Reflexion steigt sie schnell auf ca. 10 000 Å. Es wird ein 3-Mediensystem diskutiert, bei dem dem kompakten Glas BK 7 ein $\delta = 5,4 \cdot 10^{-6}$ zukommt, während eine Oberflächenschicht von (50 - 100) Å, mit $\delta = 8,05 \cdot 10^{-6}$, nur im Gebiet der Totalreflexion, also bei geringer Eindringtiefe, wirksam ist. Gegen dieses Modell sprechen jedoch auch die Messungen und Berechnungen von δ. Die Existenz einer Oberflächenschicht mit geringerem δ, wie Nancy SCOTT sie annimmt, hält PETZOLD für fraglich.

Hiernach muß eine mögliche Erklärung der Abweichung des experimentell gefundenen Reflexionsvermögens von dem aus der Fresnelschen Gleichung (7) berechneten immer folgende experimentellen Ergebnisse berücksichtigen: 1. Glas BK 7, als kompakte Substanz, hat ein $\delta = 8,05 \cdot 10^{-6}$. Hierfür sprechen sehr deutlich die Ergebnisse von PETZOLD, nämlich seine Messung von δ nach der Prismenmethode und seine δ-Abschätzung nach der Disperionsformel auf Grund der ungefähren chemischen Zusammensetzung. 2. Die Reflexionskurve muß im Plateau und Knie übereinstimmen mit der nach (7) errechneten 2-Medienkurve des kompakten Glases. Hierfür sprechen die Ergebnisse der Untersuchungen von Nancy SCOTT, PETZOLD und die der vorliegenden Arbeit. 3. Weiter ergibt sich nach Abb. 7, daß die zunächst wachsende Abweichung zwischen gemessener und gerechneter Reflexionskurve, anschließend an das Knie, nach Erreichen eines flachen Maximums wieder rückläufig wird. Daß bei großen Glanzwinkeln das gemessene Reflexionsvermögen eine wachsende Abweichung in entgegengesetzter Richtung wie vorher zeigt, ist, wegen des großen Meßfehlers in diesem Winkelbereich, statistisch nicht gesichert.

Indem man von diesen experimentellen Ergebnissen ausgeht, scheint eine Deutung der festgestellten Abweichungen zwischen gemessener Reflexionskurve und gerechneter des kompakten Glases als Interferenz möglich zu sein. Dadurch gewinnt die Annahme von Oberflächenschichten (eine oder mehrere) an Wahrscheinlichkeit. Daß bei Annahme von z.B. einer Oberflächenschicht die Forderung nach guter Übereinstimmung im Plateau und Knie zwischen gerechneter 3-Medienkurve und 2-Medienkurve für das kompakte Glas, und damit der gemessenen Reflexionskurve, durchaus auch erfüllt sein kann, zeigt die nach Vorschlag von Nancy SCOTT gerechnete 3-Medienkurve in Abb. 7. Die Übereinstimmung zwischen 3-Medien- und 2-Medienkurve im Plateau und Knie ist gegeben, solange die Oberflächenschicht nicht oder nur schwach absorbiert und hinreichend dünn

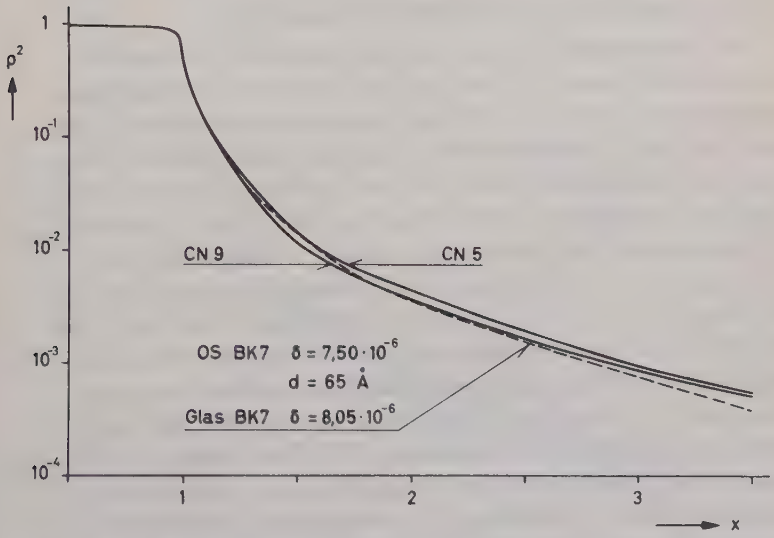


Abb. 8 Am Glas BK 7 gemessene Reflexionskurven und für ein 3-Mediensystem gerechnete, mit einer Oberflächenschicht (OS BK 7) auf dem Glas.

OS BK 7 $\delta = 7{,}50 \cdot 10^{-6}$, $k = 1{,}31 \cdot 10^{-7}$, $d = 65$ Å

Glas BK 7 $\delta = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$, $k = 1{,}41 \cdot 10^{-7}$, $d = \infty$

ist, damit an ihr verhinderte Totalreflexion auftritt, unabhängig davon, ob das δ der Oberflächenschicht größer ist oder kleiner als das des kompakten Glases. Eine Reflexionskurve, gerechnet für ein 3-Medienmodell, die alle im vorigen Absatz genannten Forderungen erfüllt und die gemessenen Reflexionskurven im Bereich $\rho^2 > 10^{-3}$ beschreibt, ist neben den gemessenen Kurven in Abb. 8 gestrichelt dargestellt. Die Abweichung der gemessenen Reflexionskurven von dieser gerechneten 3-Medienkurve am Ende des x-Bereichs, für $\rho^2 < 10^{-3}$, ist statistisch nicht gesichert. Eine Modifikation des angegebenen einfachen 3-Mediensystems wird dann nötig und möglich werden, wenn es gelingt, den Meßfehler für $\rho^2 \leq 10^{-3}$ wesentlich zu verkleinern, und dabei den Meßbereich zusätzlich zu vergrößern.

2. Untersuchungen an bedampften Glasspiegeln

Reflexionskurven, gemessen an aluminium-bedampften Glasspiegeln, sind in den Abb. 9 - 33 dünn durchgezogen dargestellt. Die Kurve der Reflexion am kompakten Aluminium, für ein 2-Mediensystem aus der Fresnelschen Gleichung (7) errechnet, ist dick durchgezogen. Nach einem 3-Mediensystem, Luft-Aluminium-Glas BK 7, aus Gleichung (5) errechnete Reflexionskurven sind gestrichelt bzw. strichpunktiert eingetragen. Die Rechnungen benutzen für Glas $\delta = 5{,}40 \cdot 10^{-6}$. Das ist derjenige Wert, mit dem PETZOLD [20] Übereinstimmung zwischen gerechneten und gemessenen Reflexionskurven erzielte. Rechnet man dagegen mit $\delta = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$ für Glas, so ergeben sich wesentlich flachere Interferenzen [20]. Die Ordinate ist wieder das Intensitäts-Reflexionsvermögen und die Abszisse der nach Gleichung (1) ermittelte Glanzwinkel, reduziert auf den Grenzwinkel der Totalreflexion des Aluminiums $\sqrt{2 \cdot \delta_{Al}}$. Die Fehler der Messung sind in Tab. 2, die bei der Rechnung benutzten Werte für δ und k in der Legende zu den Abb. 9 - 33 angegeben. Die Werte der Dicke der Aluminiumschichten ergeben sich, wie im folgenden Abschnitt (D. 3) beschrieben.

Der Vergleich zwischen gemessenen und für ein 2-Medien- und 3-Mediensystem gerechneten Reflexionskurven ergibt folgendes: Im Plateau stimmen die gemessenen Reflexionskurven mit der gerechneten 2-Medienkurve innerhalb der Fehlergrenzen der Messung überein. Die Übereinstimmung gilt auch für das Knie, solange die Schicht-

Abb. 9 - 33 An Aluminium-Aufdampfschichten auf Spiegeln aus Glas BK 7 gemessene Reflexionskurven (dünn durchgezogen), am kompakten Aluminium (dick durchgezogen) und an einem 3-Mediensystem Luft-Aluminium-Glas BK 7 (gestrichelt bzw. strichpunktiert) gerechnete Reflexionskurven.

Aluminium	$\delta = 8{,}40 \cdot 10^{-6}$,	$k = 1{,}63 \cdot 10^{-7}$
Glas BK 7	$\delta = 5{,}40 \cdot 10^{-6}$,	$k = 1{,}41 \cdot 10^{-7}$

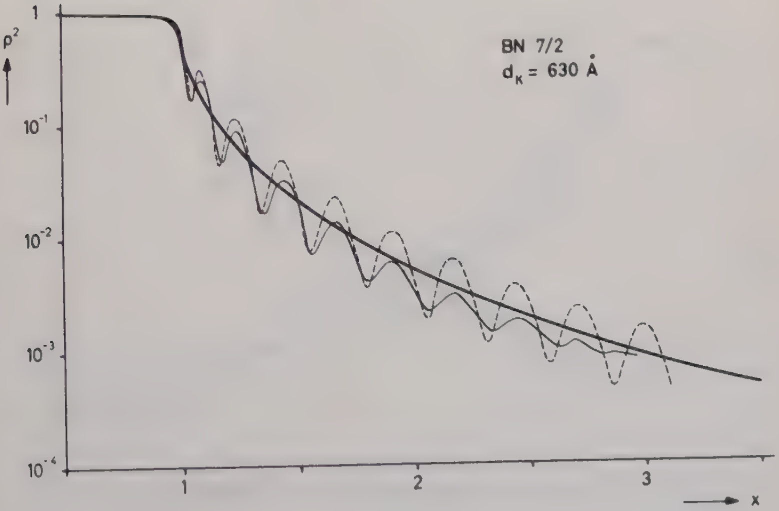


Abb. 9

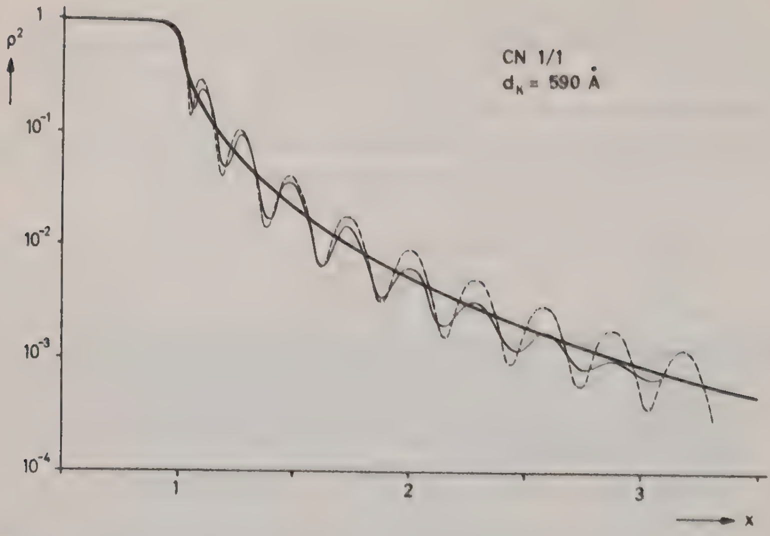

ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 1/1
d_K = 590 Å

Abb. 10

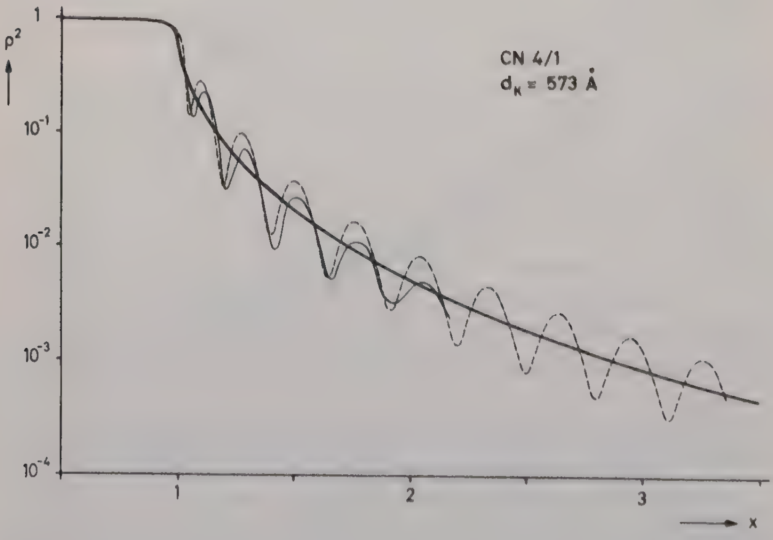

ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 4/1
d_K = 573 Å

Abb. 11

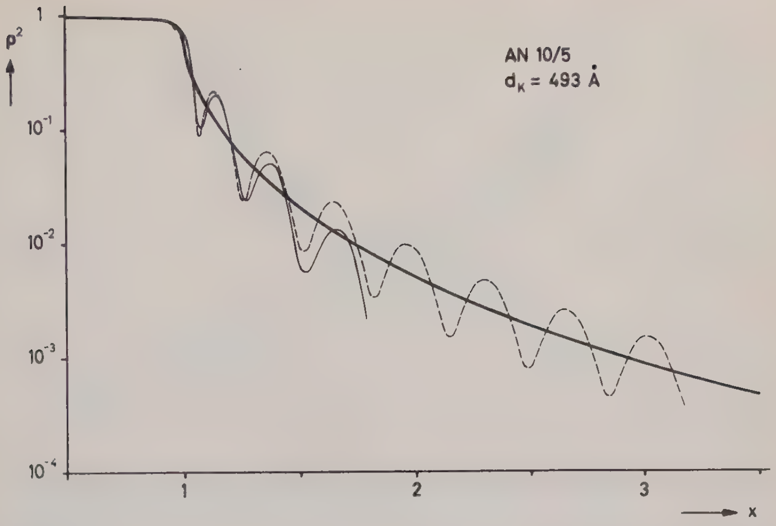

AN 10/5
$d_K = 493$ Å
ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x

Abb. 12

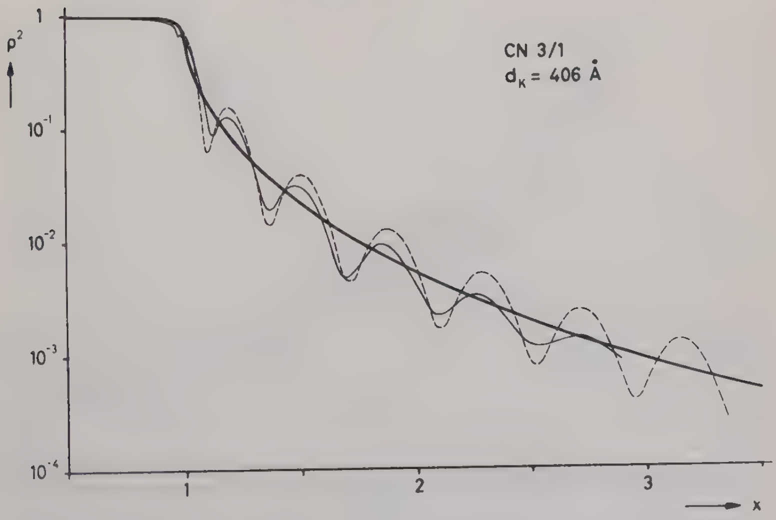
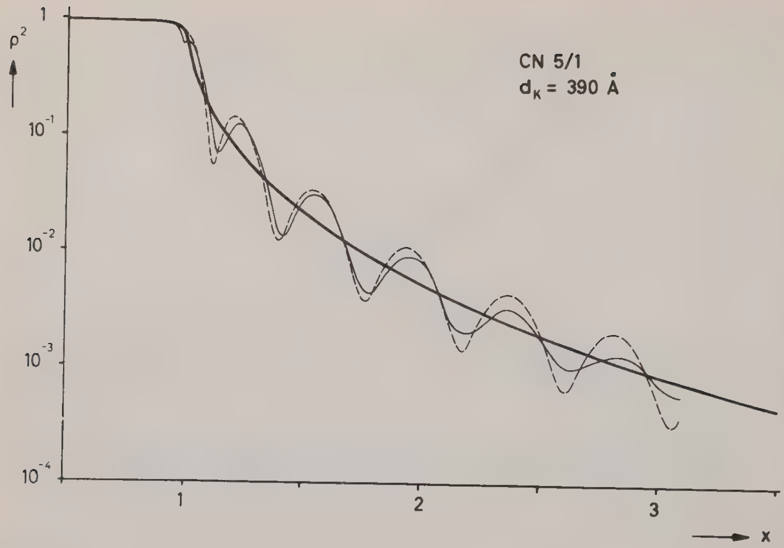
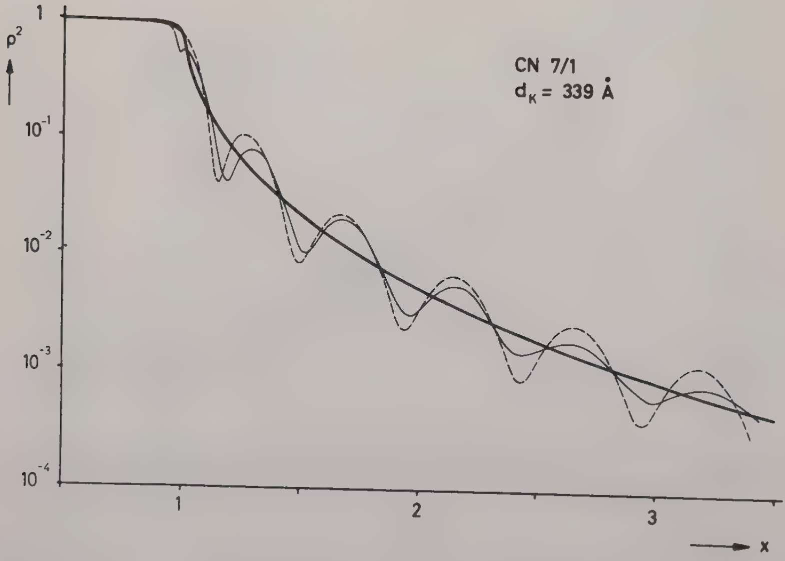

CN 3/1
$d_K = 406$ Å
ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x

Abb. 13



ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 5/1
d_K = 390 Å
1
2
3
x

Abb. 14



ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 7/1
d_K = 339 Å
1
2
3
x

Abb. 15

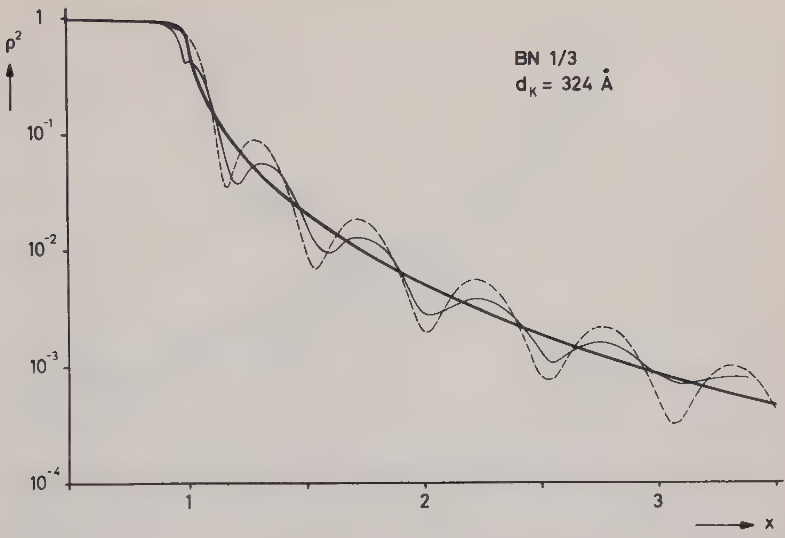

1
ρ²
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
1
2
3
x
BN 1/3
d_K = 324 Å

Abb. 16

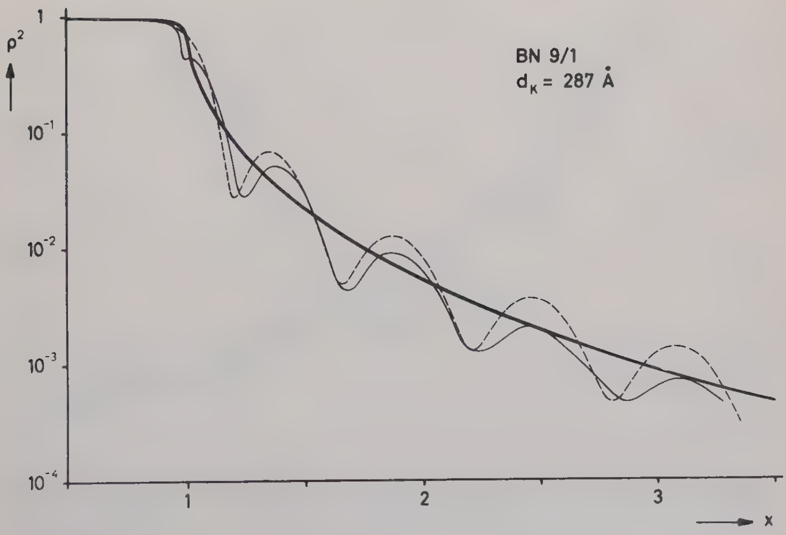

1
ρ²
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
1
2
3
x
BN 9/1
d_K = 287 Å

Abb. 17

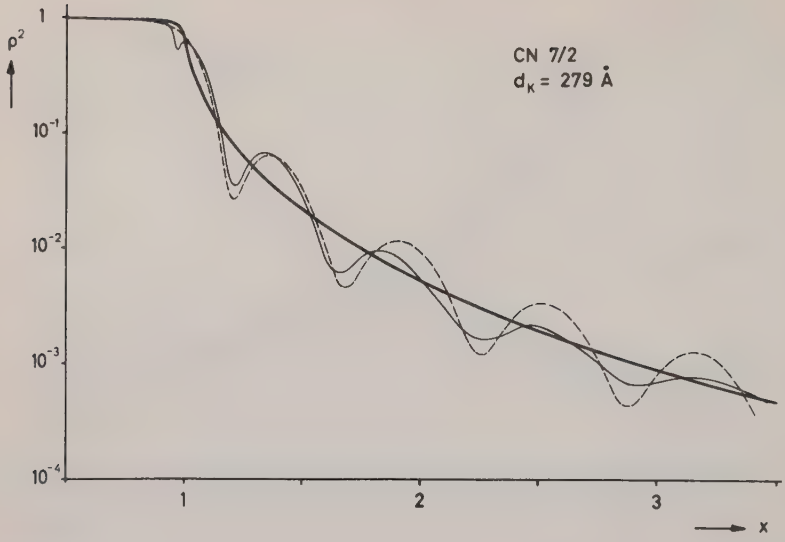

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 7/2
d_K = 279 Å
1
2
3
x

Abb. 18

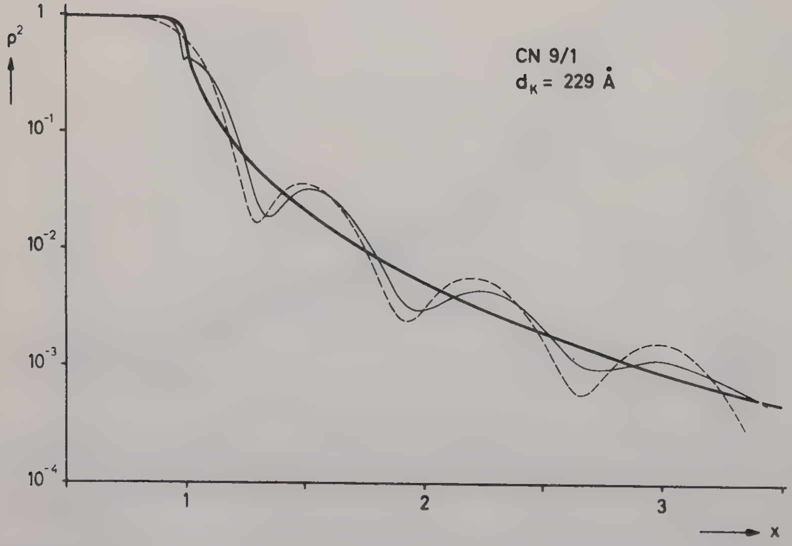
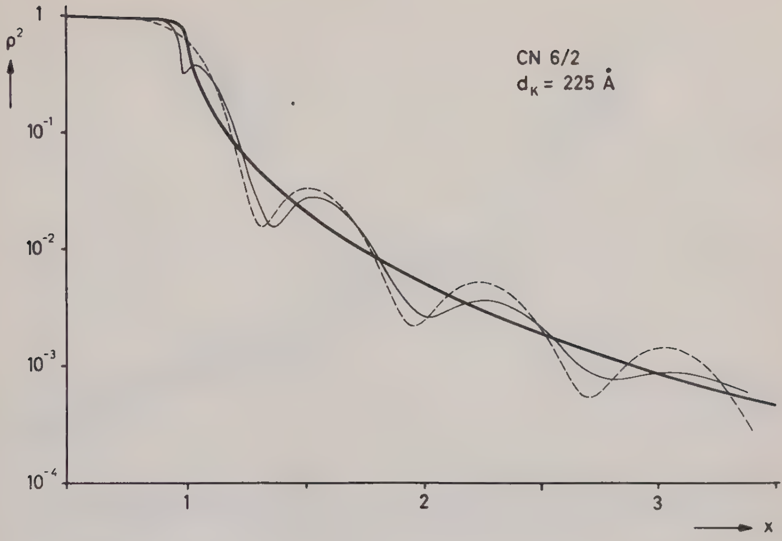
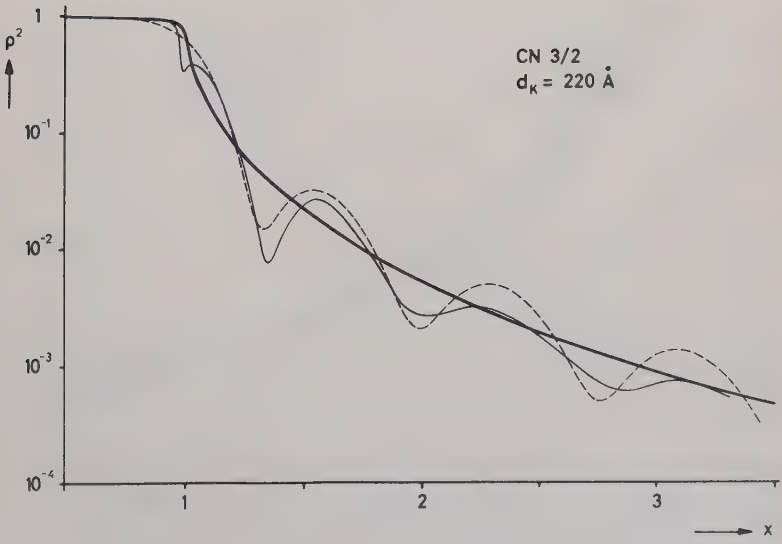

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 9/1
d_K = 229 Å
1
2
3
x

Abb. 19



ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 6/2
$d_K = 225$ Å

Abb. 20



ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 3/2
$d_K = 220$ Å

Abb. 21

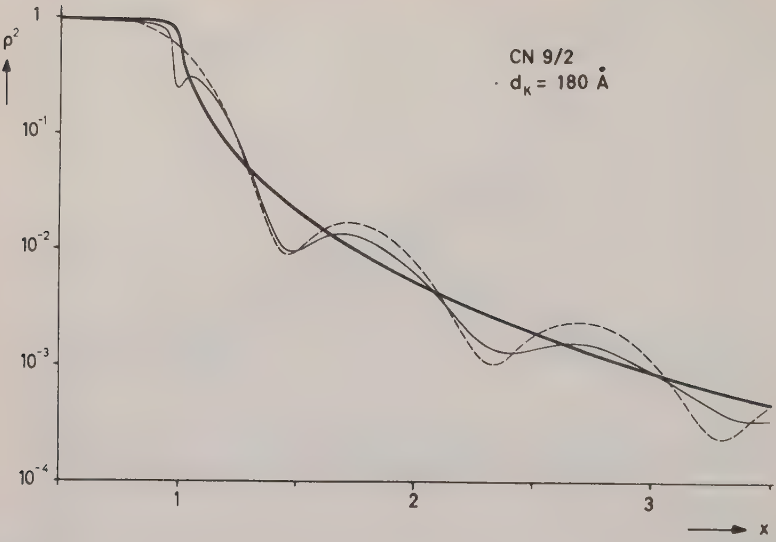

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 9/2
d_K = 180 Å
1
2
3
x

Abb. 22

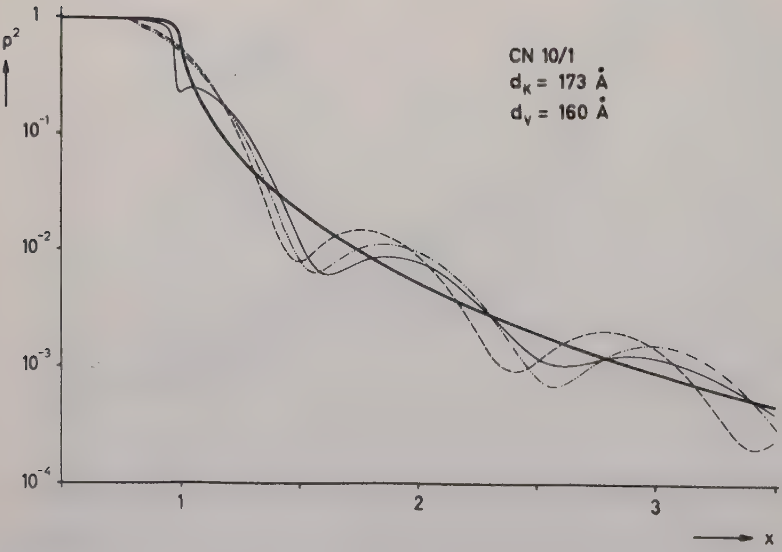

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 10/1
d_K = 173 Å
d_V = 160 Å
1
2
3
x

Abb. 23

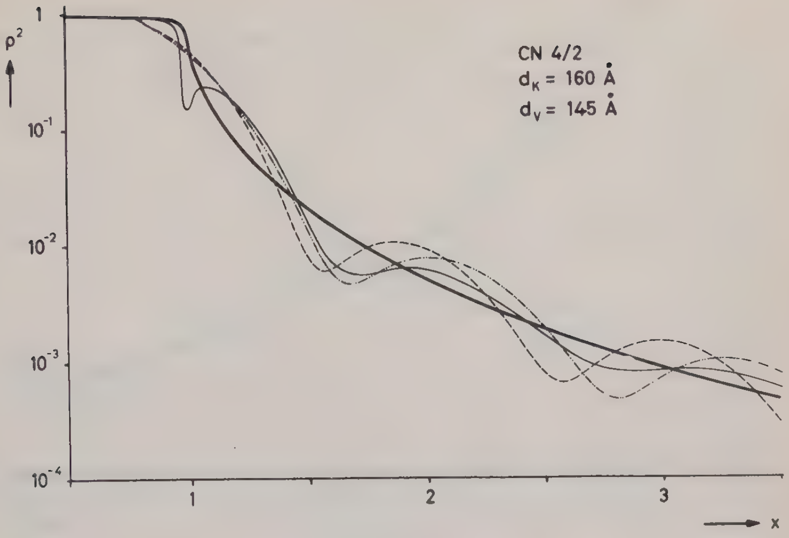

ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 4/2
d_K = 160 Å
d_V = 145 Å

Abb. 24

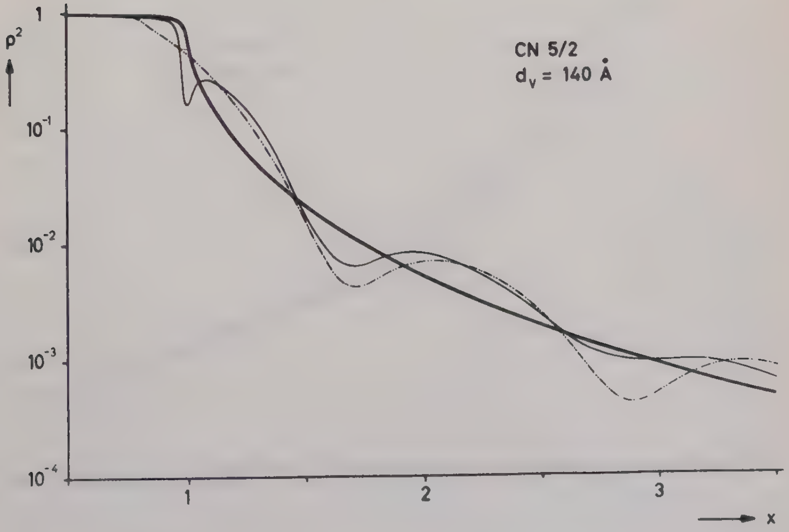

ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 5/2
d_V = 140 Å

Abb. 25

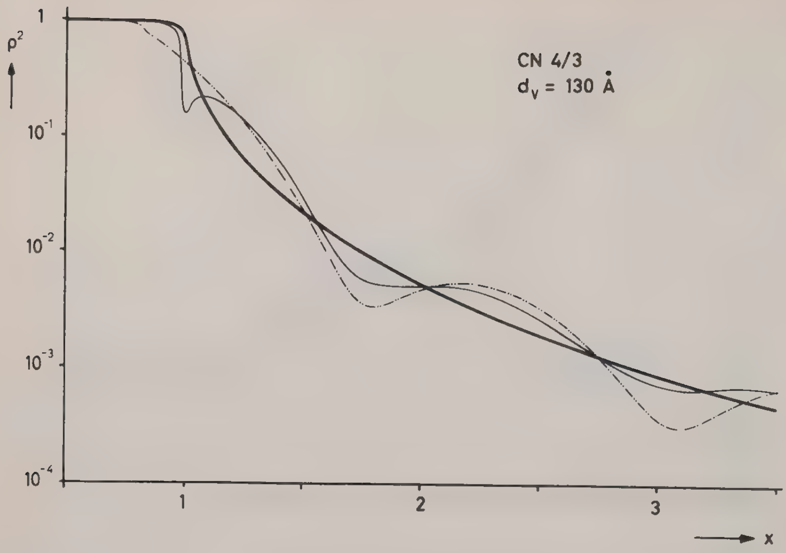

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 4/3
d_v = 130 Å
1
2
3
x

Abb. 26

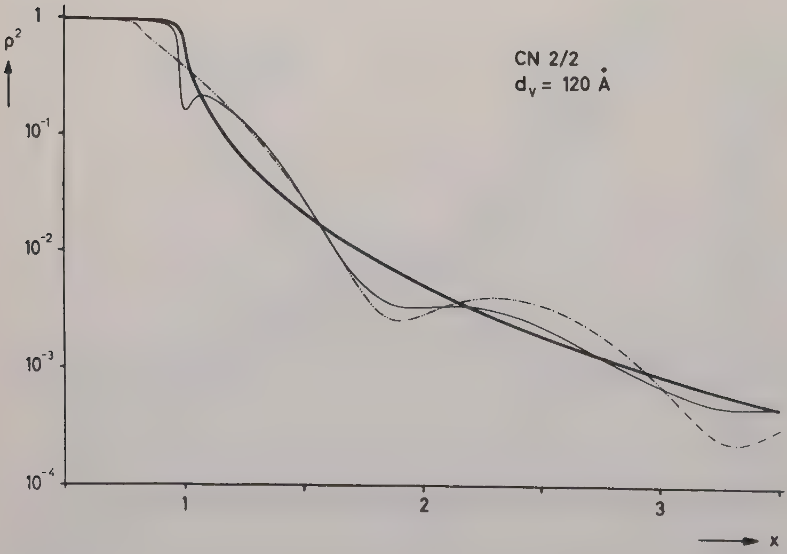

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
CN 2/2
d_v = 120 Å
1
2
3
x

Abb. 27

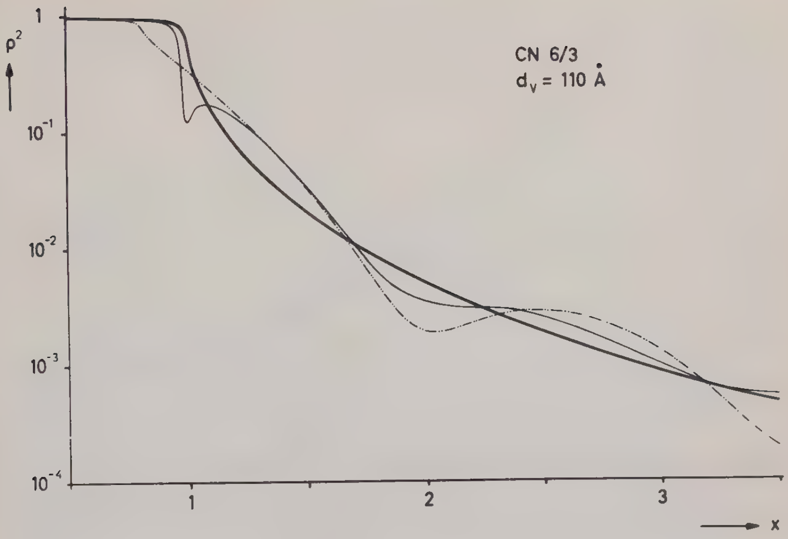

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 6/3
d_v = 110 Å

Abb. 28

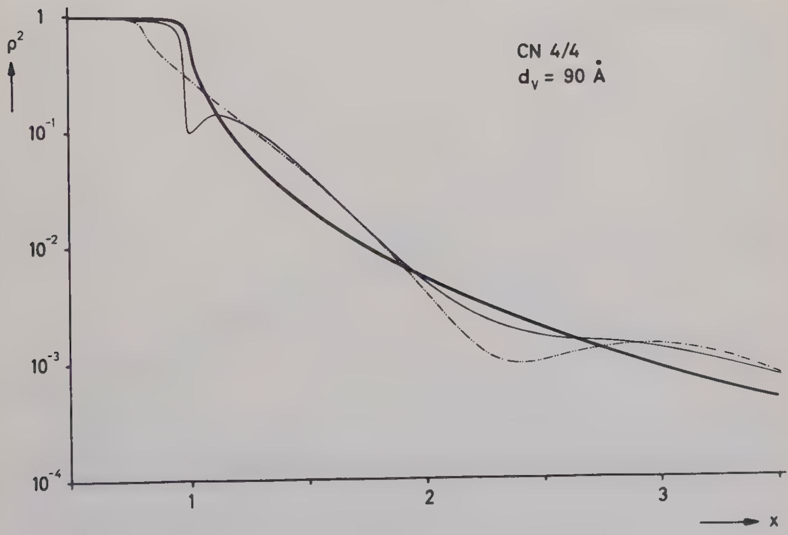

1
ρ^2
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x
CN 4/4
d_v = 90 Å

Abb. 29

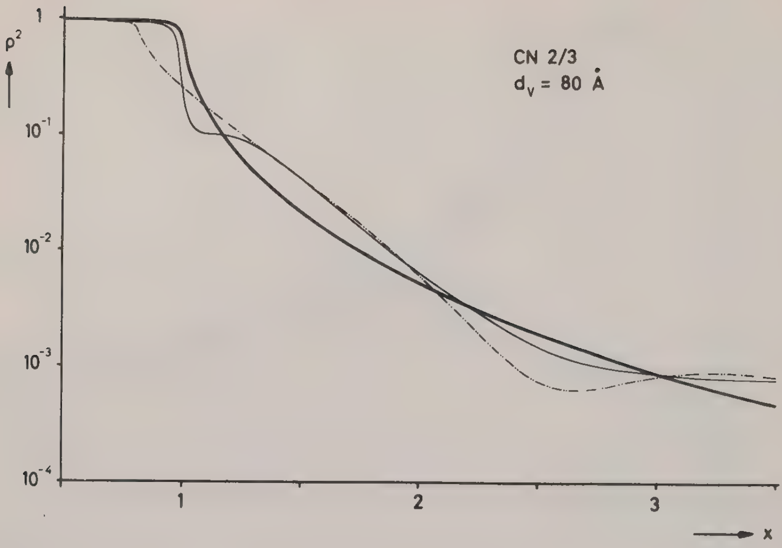

1
ρ²
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
1
2
3
x
CN 2/3
d_v = 80 Å

Abb. 30

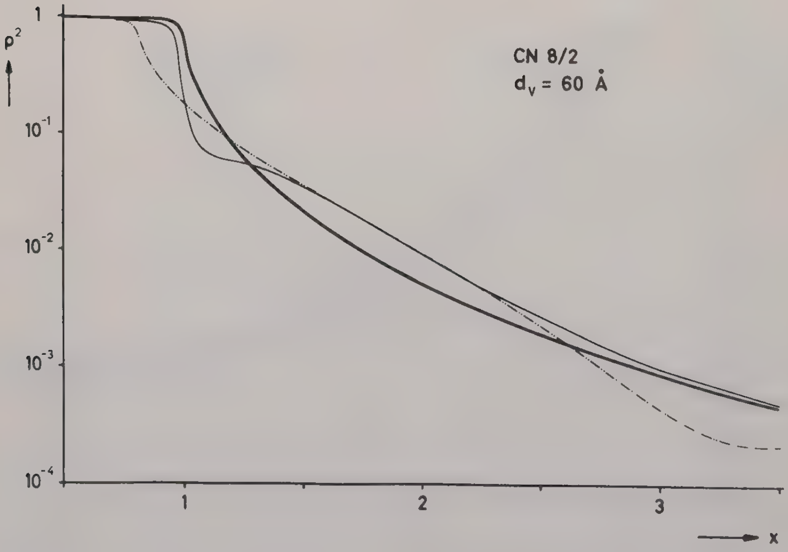

1
ρ²
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
10⁻⁴
1
2
3
x
CN 8/2
d_v = 60 Å

Abb. 31

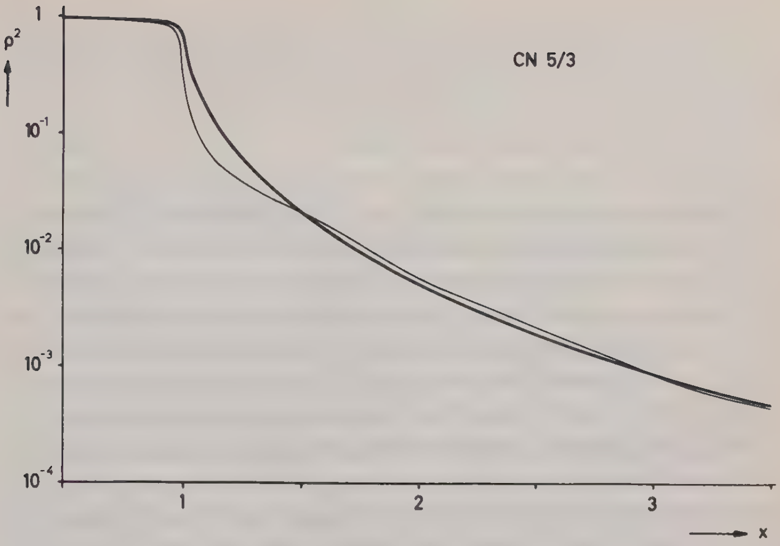

CN 5/3
ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x

Abb. 32

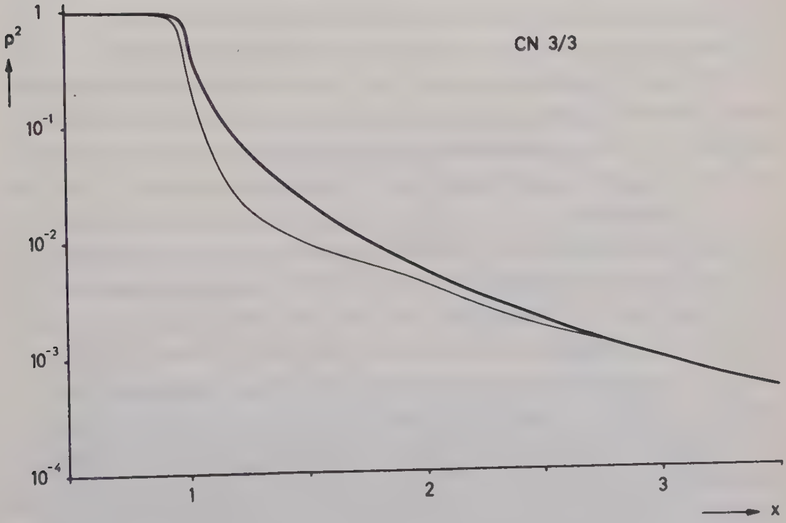

CN 3/3
ρ^2
1
10^{-1}
10^{-2}
10^{-3}
10^{-4}
1
2
3
x

Abb. 33

dicke d_K größer ist als etwa 500 Å. Unterhalb 500 Å wird im Knie eine zusätzliche Interferenz-Ordnung beobachtet, über die im übernächsten Abschnitt (D. 4) berichtet wird.

Im Gebiet der partiellen Reflexion oszillieren die gemessenen Kurven vorwiegend um die gerechnete 2-Medienkurve des kompakten Aluminiums. Die Amplitude der Oszillation wird mit wachsendem Glanzwinkel zunehmend kleiner gemessen als nach den für ein 3-Mediensystem gerechneten Reflexionskurven zu erwarten ist. Für Schichtdicken $d_K \geq 180$ Å stimmen die gemessenen Winkellagen der Extrema etwa überein mit denen der gerechneten Reflexionskurven. Ein hiervon abweichendes Verhalten zeigt sich bei den dünneren Schichten (etwa $d_K < 180$ Å), wo nur 2 Interferenz-Ordnungen für die Auswertung zur Verfügung stehen (Abb. 23 und 24). Hier gibt es deutliche Abweichungen zwischen den experimentell ermittelten Winkellagen der Extrema und denen, die sich für das - entsprechende d_K aus der gerechneten Reflexionskurve ergeben. Der Grund für diese Abweichungen ist, daß bei den Rechnungen für δ_{Al} der Wert des kompakten Aluminiums benutzt wird und nicht die sich aus den KIESSIGschen Geraden ergebenden, bemerkenswert hohen δ-Werte nach Tab. 3 (die Auswertung der KIESSIGschen Geraden wird im folgenden Abschnitt D. 3 beschrieben, die Tab. 3 findet man auf S. 47). Für die Beibehaltung des δ-Wertes des kompakten Aluminiums spricht die Tatsache, daß die gemessenen Reflexionskurven um die gerechnete 2-Medienkurve des kompakten Aluminiums oszillieren, außerdem liegt dieser Wert innerhalb der großen Fehlergrenzen der δ-Werte nach Tab. 3. Ein um mindestens $3 \cdot 10^{-6}$ größerer δ-Wert für das Aluminium, wie er sich nach Tab. 3 ergibt, müßte aber im Gebiet partieller Reflexion die ganze Reflexionskurve deutlich anheben (vgl. hierzu die gerechneten 2-Medienkurven in Abb. 7 mit $\delta = 5{,}40 \cdot 10^{-6}$ für Glas BK 7 und $\delta = 8{,}40 \cdot 10^{-6}$ für Aluminium). Es wird daher für diese und die dünneren Schichten durch Vergleich eine Schichtdicke d_V ermittelt, deren gerechnete Reflexionskurve, bei Benutzung des δ-Wertes des kompakten Aluminiums, die gemessene am besten beschreibt. Das so ermittelte d_V liegt bei den Schichten der Abb. 23 und 24, für die auch ein d_K ermittelt ist (Tab. 3), innerhalb der einfachen Fehlergrenzen $d_K \pm \Delta d_K$. Es muß aber darauf hingewiesen werden, daß bei beiden Schichten $d_V < d_K$ gefunden wird. Zu dem KIESSIGschen Verfahren ist zu sagen, daß es bei Anwendung auf eine mit $d_V = 150$ Å gerechnete Reflexionskurve die bei der Rechnung benutzten Werte der Dicke und des Dekrementes des Brechungsindex im Rahmen der Fehlergrenzen wiedergibt. Für die beiden dünnsten Schichten, die Spiegel CN 5/3 und CN 3/3 (Abb. 32 und 33), läßt sich kein d_V finden, das die gemessenen Reflexionskurven annähernd beschreibt. Die verdampften Aluminium-Massen der drei letzten Spiegel CN 8/2, CN 5/3 und CN 3/3 verhalten sich wie 5 : 3 : 1. Die gemessenen Reflexionskurven der Spiegel CN 5/3 und CN 3/3 stimmen im Plateau und Knie gut überein mit der gerechneten 2-Medienkurve des Glases BK 7 mit $\delta = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$. Das ist ein experimentelles Beispiel dafür, daß eine Oberflächenschicht auf dem Glas, hier die aufgedampfte Aluminiumschicht, nicht notwendigerweise die Reflexionskurve der Glasunterlage im Plateau und Knie verändert, wie es sich im vorigen Abschnitt schon rechnerisch ergeben hatte. Auch die gerechneten 3-Medienkurven der Abb. 9 - 31 zeigen, wie mit abnehmender Dicke der Aluminiumschicht sich die Reflexionskurve im Knie der der Glasunterlage nähert (für diese Rechnung ist $\delta_{Glas} = 5{,}40 \cdot 10^{-6}$).

3. Schichtdicke und Dekrement des Brechungsindex

Solange die gemessenen Kurven zwei und mehr Interferenz-Ordnungen aufweisen, können Dicke und doppeltes Dekrement des Brechungsindex der Schichten aus den KIESSIGschen Geraden (4) gewonnen werden. Die Zuordnung der Interferenz-Ordnungen n, und damit $m = \frac{2 \cdot n + 1}{2}$, zu den Glanzwinkeln i, unter denen die Interferenzen

beobachtet werden, bereitet keine Schwierigkeiten. Dem ersten beobachteten Maximum kommt hier immer die Ordnung $n = 1$ zu. Die rechnerische Auswertung aller KIESSIGschen Geraden ist in Tab. 3 wiedergegeben. Die Zahl der Ordnungen am Kopf der Tabelle gibt an, wieviele Interferenz-Ordnungen für die betreffende Auswertung benutzt werden. Die Zählung beginnt immer mit der ersten Ordnung. d_K ist die Schichtdicke, die sich aus der Auswertung der KIESSIGschen Geraden ergibt, Δd_K deren mittlerer Fehler. 2δ und $\Delta 2\delta$ sind das doppelte Dekrement des Brechungsindex der Schicht und dessen mittlerer Fehler.
Die Tab. 3 gestattet, Einblick zu nehmen, wie d_K und 2δ und deren Fehler von der Anzahl der für die Auswertung herangezogenen Interferenz-Ordnungen und, d_K ausgenommen, von der Schichtdicke abhängen. Es zeigt sich, daß mit abnehmender Zahl der benutzten Ordnungen d_K und Δd_K für ein und dieselbe Schicht größer werden, während $\Delta 2\delta$ annähernd konstant bleibt. Dafür nimmt $\Delta 2\delta$ mit abnehmender Schichtdicke zu. 2δ selbst zeigt keine klar erkennbare Abhängigkeit, weder von der Schichtdicke, mit Ausnahme der letzten beiden Spiegel CN 10/1 und CN 4/2, noch von der Anzahl der für die Auswertung benutzten Interferenz-Ordnungen. Eine Ausnahmestellung innerhalb der Tabelle bilden nur die beiden letzten Spiegel, bei denen insgesamt nur zwei beobachtete Interferenz-Ordnungen für die Auswertung zur Verfügung stehen. Für sie ergeben sich bemerkenswert hohe Werte für 2δ. Bei den Spiegeln BN 7/2, CN 1/1 und CN 8/1 (1., 2. und 9. Position) sind die Δd_K bei Benutzung aller beobachteten Ordnungen höher als bei der nächst niedrigeren Anzahl der Ordnungen (beim Spiegel CN 1/1 sind die Werte für zehn Ordnungen weggelassen). Der Grund hierfür ist die mit n zunehmende Verflachung der Extrema, wodurch die Genauigkeit der Winkelbestimmung verschlechtert wird.
Für die weitere Auswertung sollen für jede Schicht die Werte einer durch einen * gekennzeichneten Ordnung gelten. Diese zeichnen sich durch das kleinste Δd_K bei höchster Anzahl der Ordnungen aus. In Abb. 34 sind

	2 Ordnungen				3 Ordnungen				4 Ordnungen				5 Ordnungen			
Spiegel	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$
BN 7/2	638	22	17,2	0,4	637	11	17,2	0,4	637	5	17,3	0,3	637	4	17,3	0,3
CN 1/1	605	24	17,2	0,5	598	9	17,1	0,4	595	5	17,1	0,3	596	3	17,1	0,3
CN 4/1	584	13	17,3	0,3	581	10	17,4	0,4	574	6	17,2	0,4	573	4	17,2	0,4*
AN 10/5	498	13	17,3	0,5	493	4	17,2	0,3*								
CN 3/1	438	22	17,8	1,3	425	8	17,4	0,9	416	5	16,8	1,0	406	4	15,8	1,2*
CN 5/1	407	17	18,0	1,2	393	7	17,4	1,0	393	5	17,4	1,0	390	3	17,1	0,9*
CN 7/1	357	14	18,8	1,5	344	6	17,9	1,3	345	4	18,1	1,1	339	3	17,1	1,4*
BN 1/3	346	32	19,7	3,5	333	9	18,7	2,1	330	5	18,4	1,7	324	3	17,1	1,6*
CN 8/1	294	12	19,3	2,3	288	7	18,9	2,3	287	4	18,9	2,4*	286	5	19,2	4,0
BN 9/1	302	13	19,1	2,2	294	6	18,3	2,0	287	4	17,0	2,3*				
CN 7/2	308	15	18,4	2,7	286	9	16,1	3,5	279	5	14,9	3,3*				
CN 9/1	234	13	19,2	4,9	232	6	19,0	4,1	229	5	18,7	5,7*				
CN 6/2	230	13	19,2	5,0	224	7	18,4	5,0*								
CN 3/2	236	16	19,8	6,0	220	8	16,4	6,6*								
CN 9/2	187	14	18,7	10,3	180	7	17,1	10,3*								
CN 10/1	173	13	23,4	11,4*												
CN 4/2	160	17	25,1	19,8*												

	6 Ordnungen				7 Ordnungen				8 Ordnungen				9 Ordnungen			
Spiegel	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$	d_K	Δd_K	2δ	$\Delta 2\delta$
BN 7/2	633	3	17,1	0,3	630	3	17,0	0,4*	630	4	17,0	0,5				
CN 1/1	595	2	17,1	0,3	589	3	16,7	0,5	588	2	16,6	0,5	590	2	16,9	0,5*

Tabelle 3: Auswertung der KIESSIGschen Geraden. Schichtdicke d_K und Fehler der Schichtdicke Δd_K in Å, doppeltes Dekrement des Brechungsindex 2δ und dessen Fehler $\Delta 2\delta$ in 10^{-6}.

für die in Tab. 3 angeführten Schichten die entsprechenden KIESSIGschen Geraden gezeichnet. Der besseren Übersicht wegen sind nicht alle Meßpunkte eingetragen. Der Ordinatenabschnitt ist 2δ. Die 2δ-Werte und ihre Fehler sind, die der Spiegel CN 10/1 und CN 4/2 ausgenommen, als Funktion der KIESSIGschen Schichtdicke d_K in Abb. 35 dargestellt. Die untere der beiden eingezeichneten horizontalen Linien stellt den Mittelwert der Messungen von PETZOLD [19], [20] dar, die obere den sich aus den vorliegenden Messungen ergebenden einfachen, ungewichteten Mittelwert. Im Dickenbereich von 630 Å bis 180 Å folgt daraus

$$\delta_{Al} = (8{,}6 \pm 0{,}6)\cdot 10^{-6} .$$

Dieser Wert stimmt im Rahmen der Fehlergrenzen mit dem von PETZOLD gemessenen $\delta_{Al} = (8{,}40 \pm 0{,}03)\cdot 10^{-6}$ und dem aus der Disperionsformel nach Gleichung (14) gewonnenen

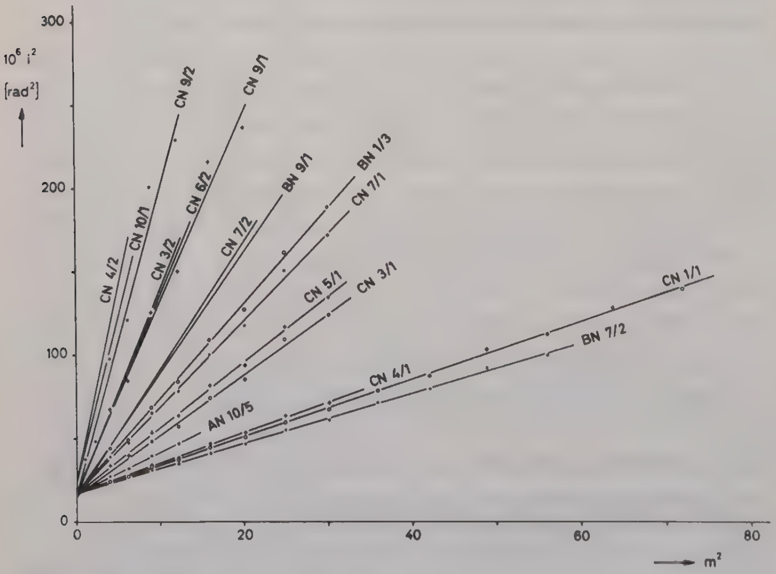


Abb. 34 KIESSIGsche Geraden $i^2 = f(m^2)$ nach Gleichung (4) für die durch * gekennzeichneten Werte der Tab. 3. Es sind nicht alle Meßpunkte eingetragen.

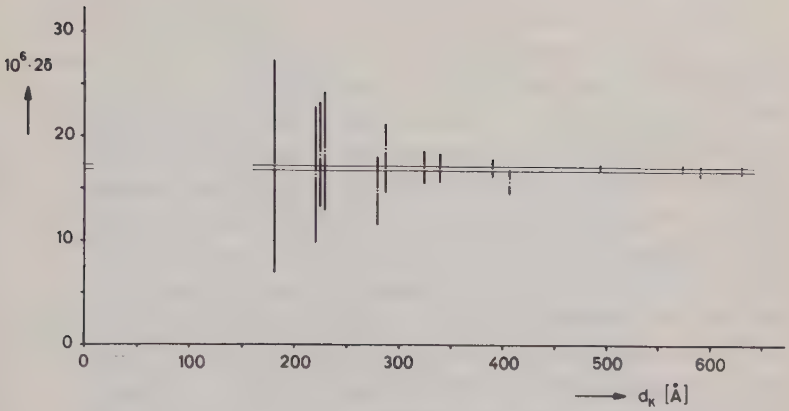


Abb. 35 Doppeltes Dekrement des Brechungsindex 2δ und dessen Fehler $\Delta 2\delta$ als Funktion der Schichtdicke für die durch * gekennzeichneten Werte der Tab. 3. Die Länge der vertikalen Striche gibt den Fehler ± $\Delta 2\delta$ an. Die obere horizontale Linie stellt den einfachen, ungewichteten Mittelwert der Messung dar. Die untere horizontale Linie entspricht dem Mittelwert der Messung von PETZOLD [19], [20].

$\delta_{Al} = 8{,}31 \cdot 10^{-6}$ überein. Somit ist experimentell der Nachweis erbracht, daß, bis zu Schichtdicken von etwa 180 Å hinab, die Dichte der Aluminiumschichten gleich der des kompakten Materials ist. Für Kupferschichten erhalten WAINFAN, Nancy SCOTT und PARRATT [17] ein gleiches Ergebnis. Wie die Tab. 3 erkennen läßt, nimmt der Fehler $\Delta 2\delta$ mit abnehmender Schichtdicke zu. Bei den gerechneten Reflexionskurven wird daher stets der bei dickeren Schichten von PETZOLD gemessene und daher genauere Wert $\delta_{Al} = 8{,}40 \cdot 10^{-6}$ benutzt. Mit diesem sind auch die in den Abb. 9 - 31 dargestellten 3-Medienkurven gerechnet.

4. "Nullte" Interferenz-Ordnung

Unterhalb 500 Å wird im Knie ein Minimum beobachtet. Ein solches Minimum haben auch Nancy SCOTT [14, Fig. 7] an einer einzigen von vier 75 Å dicken Kupferschichten und HINK und PETZOLD [16] (sie nannten es das nullte Minimum) an Aluminiumschichten unterhalb 500 Å beobachtet. Es wird nicht durch die KIESSIGsche Interferenzbedingung (3) und auch nicht durch die gerechneten Reflexionskurven nach (5) beschrieben. Der Verlauf einiger gemessener Reflexionskurven ist für den Winkelbereich $0{,}9 < x < 1{,}4$ in Abb. 36 in vergrößertem Maßstab nochmals dargestellt, um über die Veränderung der nullten Interferenz-Ordnung mit abnehmender Schichtdicke einen besseren Überblick zu geben. Nimmt die Schichtdicke ab, so verschiebt sich die Winkellage des Minimums etwas zu größeren x-Werten. HINK und PETZOLD [16] hatten festgestellt, daß die Winkellage des nullten Minimums konstant ist. Betrachtet man den Dickenbereich $500\ \text{Å} > d_K > 392\ \text{Å}$, für den ihre Aussage gemacht wurde, ergibt sich innerhalb der Fehlergrenzen der Winkelmessungen eine Bestätigung dieses Ergebnisses. Dem nullten Minimum schließt sich zu größeren Glanzwinkeln hin das nullte Maximum an. Mit abnehmender Schichtdicke wird eine zunehmende Verbreiterung des nullten Maximums zu größeren Glanzwinkeln hin und gleichzeitig eine Abnahme des Reflexionsvermögens der nullten Interferenz-Ordnung beobachtet. Von den in Abb. 36 dargestellten Reflexionskurven ist die Differenz der Reflexionsvermögen im nullten Maximum und nullten Minimum für den Spiegel CN 6/2 mit $d_K = 225$ Å ein Maximum (zu beachten ist der logarithmische Maßstab für das Reflexionsvermögen ρ^2), für die dickeren und dünneren Schichten ist sie kleiner. Bei sehr dünnen Schichten entartet die nullte Interferenz-Ordnung zu einem Wendepunkt. Zur Erklärung der nullten Interferenz-Ordnung hat Nancy SCOTT neben anderen Systemen ein 4-Mediensystem, Luft-Kupfer-Oberflächenschicht des Glases-Glas, vorgeschlagen [14, Fig. 28]. Als Oberflächenschicht des Glases mußte sie eine dickere Schicht annehmen als zur Erklärung der Reflexion am unbedampften Glas. Sie vermutet, daß die zusätzliche Schicht aus dem Öl der Aufdampfapparatur, oder lose

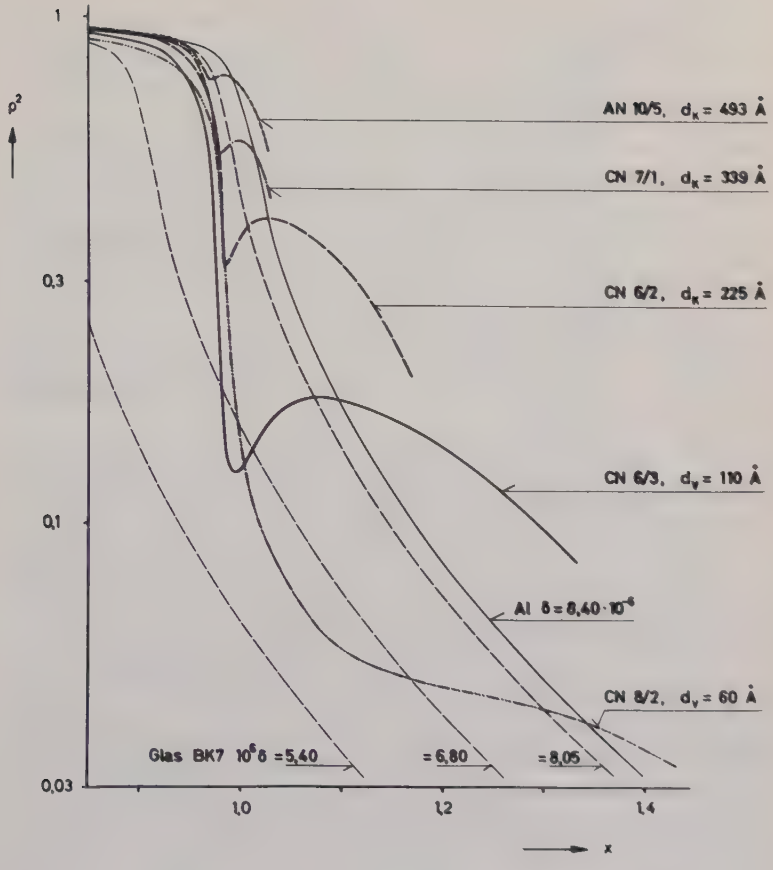


Abb. 36 Einige gemessene Reflexionskurven im Winkelbereich der nullten Interferenz-Ordnung. Miteingetragen sind verschiedene gerechnete 2-Medienkurven mit δ- und k-Werten nach Tab. 1.

gepacktem Kupfer besteht. Verschiedene für ein bestpassendes 4-Mediensystem gerechnete Reflexionskurven von Aluminiumschichten sind für den Winkelbereich der nullten Interferenz-Ordnung in Abb. 37 dargestellt. Die Aluminium-Schichtdicken sind die gleichen wie in Abb. 36, zusätzlich ist die Reflexionskurve einer weiteren Schicht (d_{Al} = 20 Å) gerechnet und dargestellt. Man

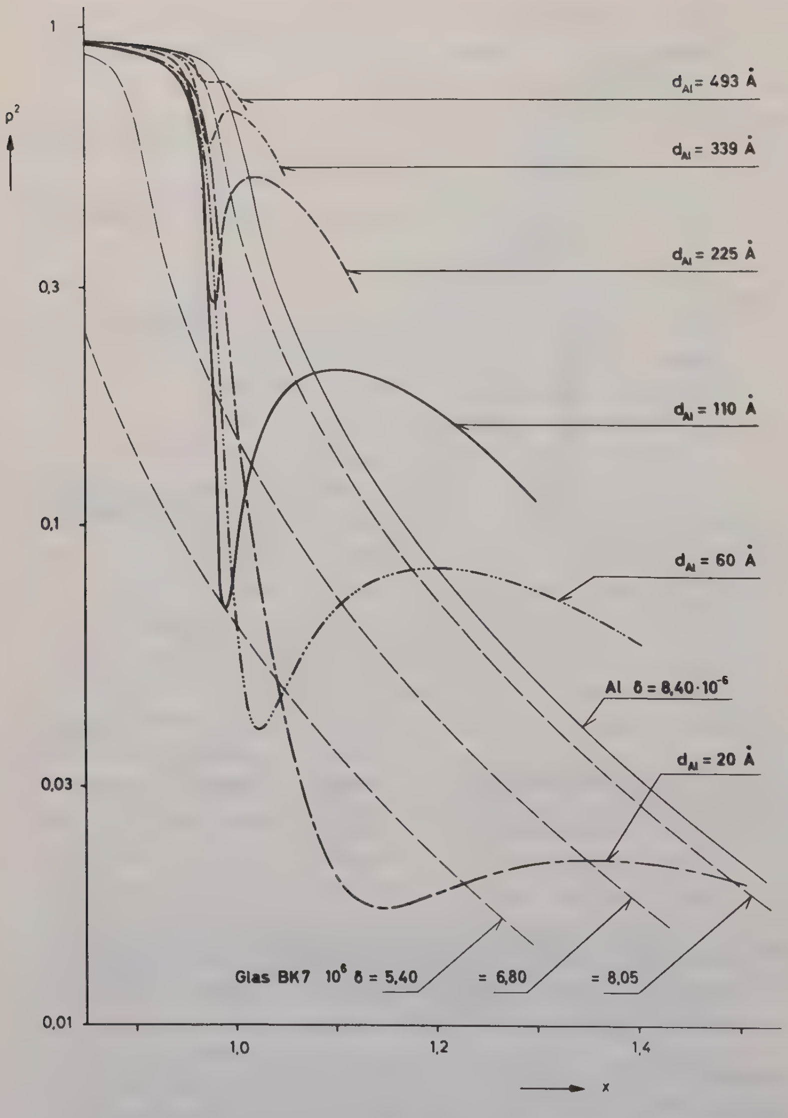


Abb. 37 Einige nach einem 4-Mediensystem gerechnete Reflexionskurven im Winkelbereich der nullten Interferenz-Ordnung.

Aluminium $\delta_2 = 8{,}40 \cdot 10^{-6}$, $k_2 = 1{,}63 \cdot 10^{-7}$, $d_2 = d_{Al}$

OS BK 7 $\delta_3 = 6{,}44 \cdot 10^{-6}$, $k_3 = 1{,}13 \cdot 10^{-7}$, $d_3 = 105$ Å

Glas BK 7 $\delta_4 = 8{,}05 \cdot 10^{-6}$, $k_4 = 1{,}41 \cdot 10^{-7}$, $d_4 = \infty$

sieht, daß, wie bei den gemessenen Kurven, das nullte Minimum mit abnehmender Aluminium-Schichtdicke seine Winkellage nur langsam zu größeren Glanzwinkeln hin ändert, daß das Reflexionsvermögen der nullten Interferenz-Ordnung abnimmt und daß das nullte Maximum sich zunehmend zu größeren Glanzwinkeln ausbreitet. Die Differenz der Reflexionsvermögen im nullten Maximum und nullten Minimum ist, wie bei den gemessenen Kurven, für d_{Al} = 225 Å ein Maximum, für die dickeren und dünneren Schichtdicken ist sie kleiner. Zusammenfassend läßt sich sagen, daß die nullte Interferenz-Ordnung durch das angegebene 4-Mediensystem qualitativ befriedigend wiedergegeben wird.

5. Diskussion zweier 4-Mediensysteme

Um festzustellen, inwieweit eine nach der Literatur [34 - 40] zu erwartende Oxydhaut des Aluminiums auf das Reflexionsvermögen Einfluß nimmt, ist in Abb. 38 eine nach einem 4-Mediensystem, Luft-Aluminiumoxyd-Aluminium-Glas, gerechnete Reflexionskurve dargestellt neben der gerechneten 3-Medienkurve, aus der sie hervorgegangen ist. Eine Oxydschicht wächst auf dem Aluminium unter gleichzeitigem Abbau von Aluminium. Die Dicke der Oxydschicht ist nach [34] und [36] $d_{Oxyd} = 1{,}64 \cdot \Delta d_{Al}$, wobei Δd_{Al} die Dicke der abgebauten Aluminiumschicht ist. Wie die Abb. 38 zeigt, ist das Reflexionsvermögen der oxydbehafteten Aluminiumschicht höher als das der reinen Aluminiumschicht. Es oszilliert nicht mehr um die 2-Medienkurve des Aluminiums. Das tun aber die gemessenen Reflexionskurven der Abb. 9 - 33. Der Einfluß einer Oxydschicht auf das unmittelbar nach der Herstellung der Schichten gemessene Reflexionsvermögen erweist sich daher als nicht gegeben.

Die dritte Reflexionskurve in Abb. 38 ist nach demselben 4-Mediensystem, Luft-Aluminium-Oberflächenschicht des Glases-Glas BK 7, gerechnet, das sich bei der Erklärung der nullten Interferenz-Ordnung als brauchbar erwiesen hat. Es zeigt sich, daß ein Minimum auch in der

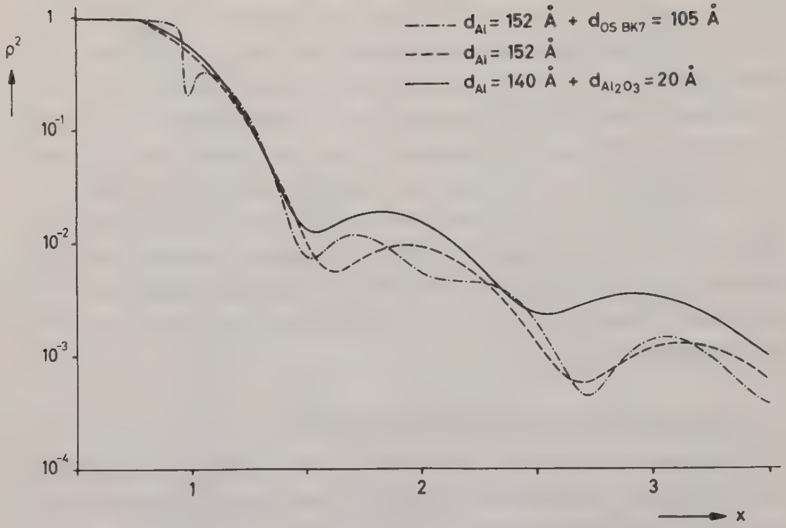


Abb. 38 Einfluß einer 20 Å dicken Oxydhaut auf das Reflexionsvermögen einer Aluminiumschicht. Reflexionsvermögen eines von Nancy SCOTT vorgeschlagenen 4-Mediensystems. Medium 1 ist Luft.

——Al-Oxyd $\delta_2 = 1{,}17\cdot10^{-5}$, $k_2 = 1{,}41\cdot10^{-7}$, $d_2 = 20$ Å
Aluminium $\delta_3 = 8{,}40\cdot10^{-6}$, $k_3 = 1{,}63\cdot10^{-7}$, $d_3 = 140$ Å
Glas BK 7 $\delta_4 = 5{,}40\cdot10^{-6}$, $k_4 = 1{,}41\cdot10^{-7}$, $d_4 = \infty$
----Aluminium $\delta_2 = 8{,}40\cdot10^{-6}$, $k_2 = 1{,}63\cdot10^{-7}$, $d_2 = 152$ Å
Glas BK 7 $\delta_3 = 5{,}40\cdot10^{-6}$, $k_3 = 1{,}41\cdot10^{-7}$, $d_3 = \infty$
—·—·Aluminium $\delta_2 = 8{,}40\cdot10^{-6}$, $k_2 = 1{,}63\cdot10^{-7}$, $d_2 = 152$ Å
OS BK 7 $\delta_3 = 6{,}44\cdot10^{-6}$, $k_3 = 1{,}13\cdot10^{-7}$, $d_3 = 105$ Å
Glas BK 7 $\delta_4 = 8{,}05\cdot10^{-6}$, $k_4 = 1{,}41\cdot10^{-7}$, $d_4 = \infty$

Nähe von x = 2 auftritt. Dieses Minimum wiederholt sich auch bei einigen weiteren nach diesem Modell für andere Schichtdicken des Aluminiums gerechneten, hier nicht wiedergegebenen Reflexionskurven. Im übrigen oszilliert diese Reflexionskurve ähnlich wie die gestrichelte (Abb. 38) 3-Medienkurve einer gleich dicken Aluminiumschicht, d.h. vorwiegend um die gerechnete 2-Medienkurve des kompakten Aluminiums. Hiernach sind die Modelle 4-Medien- und 3-Mediensystem (Abb. 38) in der Hauptsache dadurch unterschiedlich, daß das 4-Mediensystem die nullte Interferenz-Ordnung qualitativ befriedigend beschreibt, was das 3-Mediensystem nicht kann, daß das 3-Mediensystem aber für nicht zu dünne Schichten im gesamten gemessenen Winkelbereich partieller Reflexion die bessere Übereinstimmung zwischen gemessenen und gerechneten Winkellagen der Interferenzextrema gibt.

6. Untersuchungen zur Alterung der Aufdampfschichten

Die Abb. 39 zeigt zwei repräsentative, unmittelbar aufeinanderfolgende Reflexionsmessungen am Spiegel CN 9/2. Die KIESSIGschen Schichtdicken sind d_K = 180 Å bei der Erstmessung und d_K = 179 Å bei der Zweitmessung. Die kritischen Verhältnisse der Schichtdicken und doppelten Dekremente des Brechungsindex sind k = 0,1,

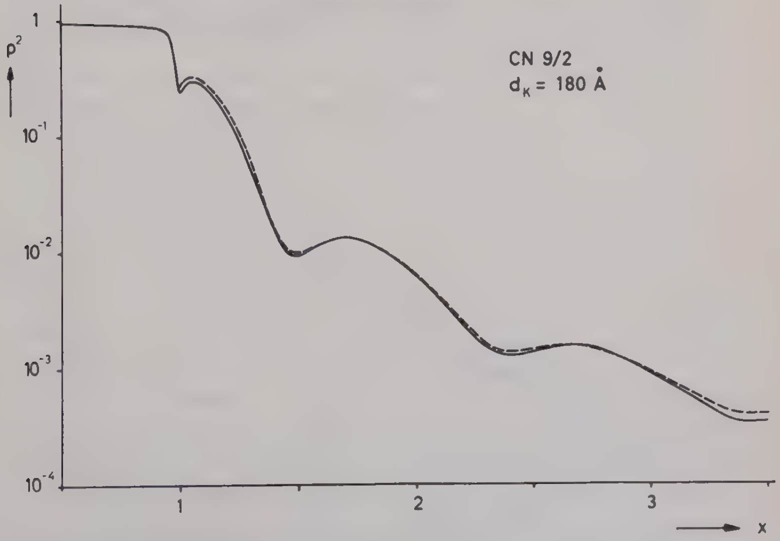


Abb. 39 Zwei unmittelbar aufeinanderfolgende Messungen des Reflexionsvermögens am selben Spiegel.

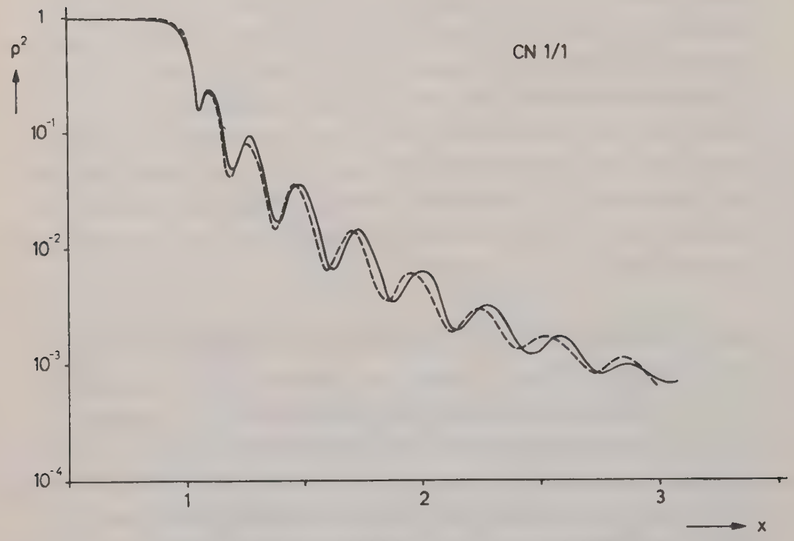


Abb. 40 Zwei im Abstand von 2 Monaten (natürliche Alterung) aufeinanderfolgende Messungen des Reflexionsvermögens. Erstmessung ist durchgezogen dargestellt.

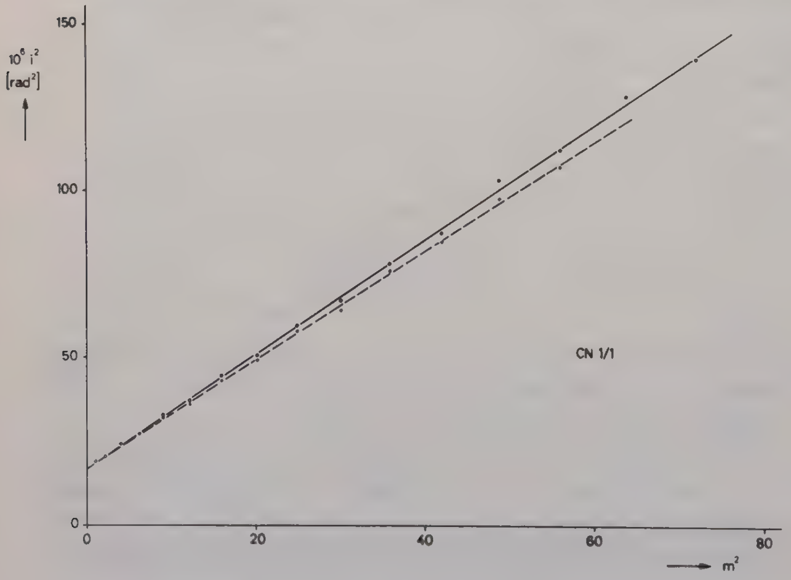


Abb. 41 KIESSIGsche Geraden der Kurven in Abb. 40.

d.h. die Abweichungen sind zufällig. Es zeigt sich also, daß über einen Zeitraum von mehreren Stunden, der der üblichen Meßdauer entspricht, in Übereinstimmung mit [19], [20], statistisch gesicherte Änderungen des Reflexionsvermögens nicht beobachtet werden können. Die in D. 2 - 4 mitgeteilten experimentellen Ergebnissen sind daher als repräsentativ für Messungen zur Reflexion von Röntgenstrahlen an frisch aufgedampften Aluminiumschichten in Luft anzusehen. Hingegen zeigen Wiederholungsmessungen nach (1 - 3) Monaten, daß d_K zunimmt, 2δ aber keine Änderung erfährt. In Abb. 40 sind als Beispiel zwei am Spiegel CN 1/1 im Abstand von 2 Monaten gemessene Reflexionskurven dargestellt. Die Auswertung der Messung am frisch bedampften Spiegel ergibt $d_K = (590 \pm 2)$ Å und $2\delta = (16{,}9 \pm 0{,}5) \cdot 10^{-6}$ (durchgezogene Gerade in Abb. 41). Nach einem Zeitraum von 2 Monaten, währenddessen der Spiegel in einer Petrischale unter Glas gelegen hat, sind $d_K = (605 \pm 2)$ Å und $2\delta = (16{,}8 \pm 0{,}4) \cdot 10^{-6}$ (gestrichelte Gerade in Abb. 41). Die kritischen Verhältnisse sind hier $k = 5$ für die Schichtdicken und $k = 0{,}01$ für die 2δ. Hier ergibt sich für die Schichtdicke d_K eine merkliche Änderung, die nicht mehr als zufällig angesehen werden kann.

E. Zusammenfassung

Die Arbeit ist eine Weiterführung der Untersuchungen von PETZOLD [19] zum Reflexionsvermögen von Aluminium-Aufdampfschichten (Schichtdicken ≥ 577 Å) auf Glas BK 7 zu dünneren Schichten hin. Der Schichtdickenbereich ist 630 Å bis etwa 10 Å. Lichtquelle ist eine Röntgenröhre mit Cu-Membranantikathode. Der Fokus hat einen Durchmesser von ca. 5 µm (Halbwertsbreite der gaußförmigen Verteilung der Strahlungsdichte). Es wird mit divergenter Strahlung gearbeitet. Die Spiegellage bleibt während einer Registrierung unverändert. Direkte und reflektierte Strahlung werden selektiv nachgewiesen ($\lambda = 1{,}54$ Å). Sie werden durch eine 14 µm dicke Nickelfolie gefiltert und mit einem Proportionalzählrohr und nachfolgendem Einkanal-Impulshöhenspektrometer gemessen. Das Zählrohr fährt direkten und reflektierten Strahl lateral, geradlinig ab. Jedem Ort der Spiegeloberfläche und des Zählrohres entspricht ein bestimmter Glanzwinkel. Die Anzeige des Zählrohres ist einseitig des Zähldrahtminimums bis wenigstens 20^0 unabhängig vom Einfallswinkel der Strahlung.

Reflexionsmessungen an unbedampften Spiegeln aus Glas BK 7 werden mit gerechneten Reflexionskurven verglichen. Die zur Rechnung benutzten optischen Konstanten für das kompakte Glas BK 7 sind der Literatur entnommen. Gemessene und für ein 2-Mediensystem aus der Fresnelschen Gleichung für die TE-Welle errechnete Reflexionskurven stimmen im Plateau und Knie, das ist das Gebiet der Totalreflexion und der unmittelbar anschließende, steil abfallende Teil des Gebietes partieller Reflexion, gut überein. Sie weichen bei größeren Glanzwinkeln voneinander ab. Im Bereich $\rho^2 < 10^{-3}$ ist die Abweichung statistisch nicht gesichert. Das Meßergebnis wird als Interferenzerscheinung gedeutet, zu deren Erklärung eine Oberflächenschicht des Glases angenommen wird. Dieses 3-Mediensystem beschreibt das Meßergebnis im Rahmen der Fehlergrenzen für $\rho^2 > 10^{-3}$ befriedigend. Für $\rho^2 < 10^{-3}$ ergibt sich eine größere Abweichung zwischen Rechnung und Experiment, diese ist jedoch statistisch nicht signifikant.

Reflexionsmessungen an Aluminium-Aufdampfschichten auf Spiegeln aus Glas BK 7 werden mit gerechneten Reflexionskurven verglichen. Wie bei PETZOLD werden den Rechnungen ein 3-Mediensystem, Luft-Aluminium-Glas BK 7 und ein 2-Mediensystem, Luft-Aluminium zugrunde gelegt, und es werden dieselben optischen Konstanten benutzt. Die Schichtdicken d_K werden nach dem KIESSIGschen Verfahren ermittelt, wenn mehr als 2 Interferenz-Ordnungen für die Auswertung zur Verfügung stehen. Für dünnere Schichten (etwa $d_K < 180$ Å) werden durch Vergleich Schichtdicken d_V ermittelt, deren gerechnete 3-Medienkurven die gemessenen am besten beschreiben. Im Plateau stimmen die gemessenen Reflexionskurven mit den gerechneten 2-Medienkurven innerhalb der Fehlergrenzen der Messung überein. Für den Vergleich mit gerechneten 3-Medienkurven gilt desselbe für Schichten $d_K > 500$ Å im Knie. Im Gebiet der partiellen Reflexion oszillieren die gemessenen Reflexionskurven vorwiegend um die gerechnete 2-Medienkurve des kompakten Aluminiums. Die Amplitude der Oszillation wird mit wachsendem Glanzwinkel zunehmend kleiner gemessen als nach der gerechneten 3-Medienkurve zu erwarten ist. Die Winkellagen der Interferenz-Extrema gemessener und gerechneter Reflexionskurven stimmen etwa überein.

Die Schichtdicken d_K und deren mittlere Fehler Δd_K werden vorwiegend umso größer, je kleiner die Anzahl der für die Auswertung benutzten Interferenz-Ordnungen wird. Die mittleren Fehler der doppelten Dekremente $\Delta 2\delta$ sind von d_K abhängig und werden größer, wenn d_K kleiner wird. Für Schichtdicken $d_K > 180$ Å stimmt das Dekrement des Brechungsindex der Schichten innerhalb der Fehlergrenzen der Messung mit dem des kompakten Materials überein.

Bei Schichten unter 500 Å Dicke wird im Knie eine zusätzliche, die sogenannte nullte Interferenz-Ordnung beobachtet, die nicht durch das 3-Mediensystem Luft-

Aluminium-Glas beschrieben werden kann. Mit abnehmender Schichtdicke nimmt das Reflexionsvermögen der nullten Interferenz-Ordnung ab, das nullte Minimum verschiebt sich etwas zu größeren Glanzwinkeln, und gleichzeitig verbreitert sich das anschließende Maximum. Bei den in Abb. 36 dargestellten Reflexionskurven ist die Differenz der Reflexionsvermögen im Maximum und Minimum für die Schicht mit $d_K = 225$ Å ein Maximum, für die dickeren und dünneren Schichten ist sie kleiner. Bei sehr dünnen Schichten entartet die nullte Interferenz-Ordnung zu einem Wendepunkt. Dieser Verlauf läßt sich qualitativ durch ein 4-Mediensystem, Luft-Aluminium-Oberflächenschicht des Glases-Glas BK 7, beschreiben.

F. Literatur

[1] Physik dünner Schichten.
Von H. MAYER
Wissenschaftliche Verlagsges., Stuttgart (1950) Bd. 1, S. 144 ff

[2] Optik dünner Schichten.
Von H. WOLTER
Handbuch der Physik, Springer Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg (1956) Bd. 24, S. 461

[3] Untersuchungen zur Totalreflexion von Röntgenstrahlen.
Von H. KIESSIG
Ann. Phys. 10 (1931) 715

[4] Interferenz von Röntgenstrahlen an dünnen Schichten.
Von H. KIESSIG
Ann. Phys. 10 (1931) 769

[5] Röntgenoptische Untersuchungen an dünnen Nickelschichten.
Von R. RIEDMILLER
Ann. Phys. 20 (1934) 377

[6] Dickenmessungen an dünnen Silberschichten durch Interferenzen von Röntgenstrahlen und ultraviolettem Licht zur Bestimmung des Phasensprunges bei der Reflexion des ultravioletten Lichtes an den Schichten.
Von H. GIEROK
Dissertation, Universität Hamburg, 1936

[7] Dickenbestimmung an dünnen Metallschichten durch optische Untersuchungen und Röntgenstrahlinterferenz.
Von G. ODENBACH
Ann. Phys. 38 (1940) 469

[8] Surface Studies of Solids by Total Reflexion of X-Rays.
By L.G. PARRATT
Phys. Rev. 95 (1954) 359

[9] Structure of Thin Evaporated Copper Films by Total Reflection of X-Rays.
By L.G. PARRATT
Phys. Rev. 99 (1955) 1635

[10] Densité non uniforme de films minces de cuivre, obtenus par évaporation, d'après la réflexion totale des rayon x.
Par L.G. PARRATT
J. Chim. phys. 53 (1956) 597

[11] Spectral Reflectance of Solids for Aluminium K Radiation.
By R.W. HENDRICK
J. Opt. Soc. Amer. 47 (1957) 165

[12] Beitrag zur Schichtdickenmessung nach der Methode der Röntgenstrahl-Interferenzen.
Von H. PETH
Diplomarbeit, Freie Universität Berlin, 1957

[13] Reflection of X-Rays from Condensed Metal Films.
By L.M. RIESLER JR.
J. Opt. Soc. Amer. 47 (1957) 987

[14] Study of Thin Vacuum Deposited Copper Films by X-Ray Total Reflection.
By N.J. SCOTT
Techn. Rep. No. 11, Cornell University, Ithaca, 1957

[15] Über eine Vereinfachung der Prismenmethode zur Bestimmung des Brechungsindex für Röntgenlicht.
Von W. HINK und W. PETZOLD
Naturwissenschaften 45 (1958) 107

[16] Röntgenstrahlinterferenzen an Aluminium-Aufdampfschichten.
Von W. HINK und W. PETZOLD
Z. angew. Phys. 10 (1958) 553

[17] Density Measurements of Some Thin Copper Films.
By N. WAINFAN, N.J. SCOTT and L.G. PARRATT
J. appl. Phys. 30 (1959) 1604

[18] X-Ray Reflection Studies of the Anneal and Oxidation of Some Thin Solid Films.
By N. WAINFAN and L.G. PARRATT
J. appl. Phys. 31 (1960) 1331

[19] Experimentelle Untersuchungen des Reflexionsvermögens von Aluminium-Aufdampfschichten für Röntgenstrahlen mit dem Proportionalzählrohr.
Von W. PETZOLD
Dissertation, Freie Universität Berlin, 1961

[20] Das Reflexionsvermögen von Glas (BK 7) und von Aluminium-Aufdampfschichten für Röntgenstrahlen (Cu K_{α}).
Von W. PETZOLD
Z. angew. Phys. 15 (1963) 525

[21] Adaption of an X-Ray Diffractometer for Thin Film Studies by Total Reflection of X-Rays.
By R.L. MOZZI and O.J. GUENTERT
Rev. sci. Instrum. 35 (1964) 75

[22] Optical Constants of Aluminium from 300 to 800 Å.
By W.R. HUNTER
J. app. Phys. 34 (1963) 1565

[23] Reflectance of Evaporated Aluminium in the Vacuum Ultraviolet.
By G. HASS, W.R. HUNTER and R. TOUSEY
J. Opt. Soc. Amer. 46 (1956) 1009

[24] Über physikalische Eigenschaften von im Hochvakuum aufgedampften Aluminiumschichten.
Von W. WALKENHORST
Dissertation, Technische Hochschule Hannover, 1940

[25] Aufbau einer Mikrofokus-Röntgenröhre und Verwendung von charakteristischer K-Strahlung in der Projektionsradiographie.
Von W. HINK
X-Ray Microscopy and X-Ray Microanalysis
Proc. 2. Int. Symp., Stockholm 1960

[26] Röntgen-Interferenz-Messungen mit Proportional-Zählrohr und Einkanal-Diskriminator.
Von A. TROST
Z. angew. Phys. 10 (1958) 404

[27] Nonblocking Double-Line Linear Pulse Amplifier.
By E. FAIRSTEIN
Rev. sci. Instrum. 27 (1956) 475

[28] Der selektive Strahlungsnachweis von Cu K_α-Strahlung mit Proportionalzählrohr und Einkanaldiskriminator.
Von W. PETZOLD
Z. angew. Phys. 15 (1963) 401

[29] Interferenz von divergenten Röntgenstrahlen an dünnen planparallelen Schichten.
Von W. HINK und W. PETZOLD
Z. angew. Phys. 10 (1958) 135

[30] Beiträge zur Kenntnis der Metallreflexion.
Von Chr. PFEIFFER
Dissertation, Universität Gießen, 1912

[31] Registrierfehler eines Einkanal-Impulshöhenanalysators mit Mittelwertmesser.
Von W. HINK
Z. angew. Phys. 15 (1963) 154

[32] Experimentelle Untersuchungen an einem Totalreflexions-Röntgenmikroskop.
Von W. HINK
Dissertation, Freie Universität Berlin, 1956

[33] Physik der Röntgenstrahlen.
Von M.A. BLOCHIN
VEB Verlag Technik, Berlin (1957), S. 181

[34] Struktur und Wachstum dünner Oberflächenschichten auf Metallen bei Oxydation an Luft.
Von A. STEINHEIL
Ann. Phys. (Lpz.) 19 (1934) 465

[35] Struktur und Optik aufgedampfter Metallschichten.
Von G. HASS
Ann. Phys. (Lpz.) 31 (1938) 245

[36] Über das Wachstum und die Struktur dünner Oxydschichten auf Aluminium.
Von G. HASS
Optik 1 (1946) 134

[37] On the Structure and Properties of Some Metal and Metal-Oxide Films.
By G. HASS and N.W. SCOTT
J. Phys. Radium 11 (1950) 394

[38] Über die elektrische Leitfähigkeit und Oxydation aufgedampfter Aluminiumschichten.
Von A. BOETTCHER und G. HASS
Optik 6 (1950) 299

[39] Das Oxydationsverhalten und Reflexionsvermögen aufgedampfter Aluminiumschichten im Wellenlängengebiet des Vakuum-Ultraviolett.
Von M. VOGEL
Jenaer Jahrbuch 1961, VEB Gustav Fischer Verlag, Jena (1961) Teil 1, S. 189

[40] The Sticking Coefficient, the Optical Transmission, and the Oxidation of Thin Metallic Films.
By S. AISENBERG
AED Conf. 1963, 161

Die vorliegende Arbeit wurde im I. Physikalischen Institut der Freien Universität Berlin unter der Anleitung seines Direktors Herrn Prof. Dr. H. Lassen durchgeführt.

Ich danke Herrn Prof. Dr. H. Lassen für die Hilfe und Förderung, die er mir während des Studiums und bei der Durchführung dieser Arbeit zuteil werden ließ.

Den Herren Prof. Dr. W. Hink und Dr. W. Petzold danke ich für anregende Diskussionen, Herrn cand. rer. nat. P. Kappe für die sorgfältige Herstellung der Aufdampfschichten, Frl. cand. rer. nat. H. Masermann für die fleißige Mitarbeit bei der Auswertung der Registrierkurven und den Angehörigen der Institutswerkstatt für den Bau der verwendeten Apparatur. Die Originale zu den Abb. 1 - 3 hat freundlicherweise Herr Dr. W. Petzold zur Verfügung gestellt.

Die erforderlichen Rechnungen wurden mit der elektronischen Rechenanlage ZUSE 23 des Instituts für Theoretische Physik der FU Berlin durchgeführt. Für die zur Verfügung gestellten Programme und die Unterstützung bei der Durchführung der Rechnungen gilt mein besonderer Dank Herrn Dr. W. Petzold.

Lebenslauf

Am 3. 6. 1930 wurde ich in Berlin geboren. Hier besuchte ich vier Jahre die 37/8. Volksschule und weitere drei Jahre die Albrecht-Dürer-Schule. Anschließend war ich zwei Jahre Gastschüler der Bochumer Goethe-Schule in Stolp in Pommern und nach 1945 bis zur Reifeprüfung im Mai 1948 Schüler an der Oberschule 5 in Berlin-Britz.

Vom Sommersemester 1949 an studierte ich an der Freien Universität Berlin und legte im Juli 1958 die Diplom-Prüfung für das Fach Physik ab. Seit dem 1. 4. 1961 bin ich als Assistent am I. Physikalischen Institut der Freien Universität beschäftigt.

Während des Studiums habe ich Vorlesungen, Übungen und Praktika bei den folgenden Herren Professoren und Dozenten belegt: A. Dinghas, K. Kohler, H. Lassen, W. Lautsch, G. Ludwig, K.R. Mehnert, K. Molière, M. Päsler, R. Ritter, E. Ruska, G. Schenck, H. Slevogt, G. Stegemann, W. Stein, K. Überreiter, A. Willgallis.